Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

172. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 8 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 15. FEBRUAR 1960)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1960

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 172 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen Seite

Korkisch, J., P. Antal und F. Hecht, Adsorption des Urans aus salzsaurer alkoholischer Lösung am stark basischen Anionenaustauscher Dowex-1. Bestimmung von Mikrogrammengen Uran in festen Proben. Mit 2 Textabbildungen 401

Geyer, R., und G. Henze, Oxydimetrische Bestimmung des Wolframs nach Reduktion mit Zink 409

Wolf, F., Eine oxydimetrische Bestimmungsmethode für Diacetyl 413

Menke, K. H., Zur photometrischen Auswertung von Farbreaktionen auf Papier. Ein einfaches Verfahren zur quantitativen Aminosäurebestimmung. Mit 2 Textabbildungen 423

Tara Chandra Gupta and Abani K. Bhattacharya, Quantitative Estimations of Ferric Iron by Phosphoric Acid in Aqueous-Alcoholic Medium 428

Mathies, L., und H. G. Leemann, Quantitative, spektrophotometrische Bestimmung von Apoatropin neben Atropin. Mit 2 Textabbildungen 430

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Lehrkanzel für analytische Chemie
im II. Chemischen Institut der Universität Wien

Adsorption des Urans aus salzsaurer alkoholischer Lösung am stark basischen Anionenaustauscher Dowex-1

Bestimmung von Mikrogrammengen Uran in festen Proben

Von

J. Korkisch, P. Antal und F. Hecht*

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 17. September 1959)

Obgleich die unlängst mitgeteilte Methode zur Bestimmung von Mikrogrammengen Uran in Phosphaten, Kohlenaschen, Bauxiten usw.[8] in den meisten Fällen sehr gut reproduzierbare Ergebnisse lieferte, konnte sie — wenn die Endbestimmung des Urans auf polarographischem Wege erfolgen sollte — nur auf Materialien angewendet werden, die entweder überhaupt kein oder nur sehr wenig Wolfram enthielten. So ergab die Analyse gewisser Silicatgesteine aus dem niederösterreichischen Waldviertel (Thuresite und Karlsteinite) selbst nach wiederholter Säulenoperation (bzw. nach Ätherextraktion[2] mit darauffolgendem Ionenaustausch[3]) keine übereinstimmenden Resultate. Bei diesen Proben war sowohl die polarographische als auch die fluorimetrische Endbestimmung des Urans stark gestört.

Um auch den Urangehalt wolframhaltiger Materialien genau bestimmen zu können, haben wir die folgende Methode entwickelt.

Man löst die aufgeschlossene Probe in 4 n Salzsäure und setzt zur Reduktion der Eisen(III)-ionen Ascorbinsäure zu. Nach erfolgter Reduktion wird der Lösung soviel 95%iges Äthanol (wird im folgenden praktisch als „100%ig" angesehen) zugefügt, daß die resultierende Lösung „80%ig" an Äthanol ist (z. B. 25 ml 4 n Salzsäure und 100 ml Äthanol). Diese Lösung wird dann durch ein entsprechend vorbehandeltes Harzbett, bestehend aus dem stark basischen Anionenaustauscher Dowex-1 (Cl^--Form), fließen gelassen, wobei das Uran als negativ geladener Uranylchloridkomplex festgehalten wird. Nach anschließendem Waschen des Harzbettes mit einer Lösung, die eine der Sorptionslösung analoge Salzsäure- und Alkoholkonzentration aufweist, wird das Uran mit 0,1 n Salzsäure, die mit Äther gesättigt ist, eluiert und hierauf polarographisch bestimmt[3,5,7–9].

* Herrn Prof. R. Klement, München, zum 60. Geburtstag gewidmet.

Durch diese Säulentrennung können praktisch alle in Gesteinen zu erwartenden Elemente vom Uran abgetrennt werden. Bei der Elution des Urans mit 0,1 n Salzsäure wird das mitadsorbierte Wolfram nicht eluiert, so daß das uranhaltige Eluat völlig wolframfrei ist. Durch die Anwendung von mit Äther gesättigter 0,1 n Salzsäure wird die Möglichkeit geschaffen, mit Benzin denaturiertes Äthanol zu verwenden, da dieses das am Austauscher fast quantitativ adsorbierte Benzin leichter herauslöst als ätherfreie 0,1 n Salzsäure.

In Beziehung auf die Reduzierbarkeit der Eisen(III)-ionen ist darauf hinzuweisen, daß diese bedeutend vollständiger als bei der früher mitgeteilten Methode[8] erfolgt.

Obgleich die Sorptionslösung nur 0,8 n an Salzsäure ist (wenn man den Alkohol nicht als indifferentes Lösungsmittel ansieht), erfolgt die Adsorption des Urans am Harz stärker als in rein wäßriger 4 n Salzsäure. Der Grund hierfür ist offenbar die den Uranylchloridkomplex stabilisierende Wirkung des Alkohols (Dehydratationseffekt), wodurch das Gleichgewicht zugunsten des undissozierten Komplexes verschoben und infolgedessen seine Adsorption am Harz begünstigt wird. Eine unlängst von japanischen Autoren veröffentlichte Arbeit[11] bedient sich desselben Prinzips zur Trennung des Kupfers von Zink.

Über die Verteilung des Urans, Thoriums und anderer Elemente zwischen salz-, salpeter- und schwefelsauren, äthylalkoholischen Lösungen verschiedener Konzentrationen und Dowex-1 wird an anderer Stelle ausführlich berichtet werden[1,6].

Infolge der sehr großen Durchbruchkapazität (siehe S. 404) der angewendeten Ionenaustauschersäulen für Uran können nicht nur Mikrogramm-, sondern auch Milligrammengen Uran angereichert und von anderen Elementen getrennt werden, so daß die vorliegende Methode zur universellen Anwendung geeignet ist.

Experimenteller Teil

Lösungen und Reagentien

Ionenaustauscher. Der stark basische Anionenaustauscher Dowex-1 (nominelle Siebzahl 50—100 mesh; Cl^-) wurde vor seiner Verwendung wie üblich gereinigt[10].

Uranstandardlösung. Einer mit 8-Hydroxychinolin eingestellten stark salzsauren Uranylchloridlösung, die 1,00 mg Uran/ml enthielt, wurden 10 ml entnommen und mit 4 n Salzsäure auf 1 l aufgefüllt: 1 ml = 10,0 μg Uran. Dieser Lösung wurden 10 ml entnommen und mit 4 n Salzsäure auf 100 ml aufgefüllt: 1 ml = 1,0 μg Uran.

Äthanol. Mit Benzin denaturierter 95%iger Äthylalkohol.

Ascorbinsäure. Es wurde reine Ascorbinsäure der Wiener Heilmittelwerke verwendet.

Salzsäurelösungen. 0,1, 1 und 4 n Salzsäure.

Apparaturen

Die Anreicherungs- und Trennungsoperationen wurden mit Ionenaustauschersäulen des von uns schon mehrmals beschriebenen Typs[3,5,9] unter Einhaltung der dort angegebenen Dimensionen durchgeführt.

Das mit 1 n Salzsäure eisenfrei gewaschene Harz wurde nochmals mehrfach mit 95%igem Äthylalkohol gewaschen und dann als alkoholische Aufschlämmung in die Säule eingefüllt. Dadurch wurde vermieden, daß es bei der Vorbehandlung des Harzes zur Bildung von Luftblasen kam, die in großer Menge entstehen, wenn das Harz aus wäßriger Lösung in die Säule eingefüllt wird.*

Der zur quantitativen Endbestimmung des Urans verwendete Polarograph, sowie die genauen Meßbedingungen und die Auswertung der Polarogramme wurden ebenfalls schon in früheren Arbeiten genau beschrieben[3,5,7–9].

Sorption des Urans aus alkoholischer Salzsäure

1 ml der Uranstandardlösung, die 1,0 μg Uran/ml enthielt, wurde zur Trockne eingedampft. Zum Rückstand wurden 20 ml 4 n Salzsäure und 80 ml Alkohol zugesetzt und die Lösung durch ein Harzbett fließen gelassen, das mit 50 ml eines Gemisches, bestehend aus 20 ml 4 n Salzsäure und 80 ml Alkohol, vorbehandelt worden war. Anschließend wurde mit 20 ml desselben Gemisches nachgewaschen und das Uran mit 100 ml äthergesättigter 0,1 n Salzsäure eluiert. Die Endbestimmung des Urans im Eluat ergab, daß dieses quantitativ festgehalten und eluiert wurde.

Die Ergebnisse einer Anzahl analoger Versuche, bei denen sowohl die Urankonzentration als auch die Normalität der Salzsäure variiert wurden, sind aus Tab. 1 ersichtlich (dabei wurde das Verhältnis 1:4 von salzsaurer Lösung zu Alkohol beibehalten).

Tabelle 1

Eingesetzte Uranmenge μg	Gesamtacidität der Sorptionslösung ausgedrückt in Salzsäurenormalitäten	Wiedergefundene Uranmenge μg
2,0	0,2	0,0
10,0	0,2	0,0
2,0	0,3	0,2
10,0	0,3	1,0
2,0	0,4	1,1
10,0	0,4	5,3
2,0	0,6	2,0
10,0	0,6	10,2
2,0	0,8	2,06
5,0	0,8	5,08
7,0	0,8	6,9
10,0	0,8	10,2
50,0	0,8	49,5
10,0	1,0	10,0
10,0	1,2	9,95

Daraus geht hervor, daß das Uran bei Gesamtsalzsäurekonzentrationen von 0,6 n und darüber quantitativ vom Harz festgehalten wird.

Da jedoch eine Reduktion gegebenenfalls anwesender Eisen(III)-ionen mittels Ascorbinsäure um so leichter erfolgt, je geringer die Salzsäure-

* Die Bildung von Luftblasen kann auch vermieden werden, wenn das zur Vorbehandlung verwendete Alkohol-Salzsäuregemisch 12–24 Std vor dessen Anwendung hergestellt wird.

konzentration ist, wurde für alle weiteren Versuche nur mehr 4 n Salzsäure (mit der eine Gesamtacidität von 0,8 n erzielt wird) benutzt*.

Eine analog durchgeführte Versuchsreihe, bei der jeweils eine konstante Uranmenge von 23,6 mg/100 ml Sorptionslösung angewendet wurde, ergab die in Abb. 1 gezeigte Kurve (die quantitative Endbestimmung des Urans erfolgte in diesem Fall nicht auf polarographischem, sondern auf gravimetrischem Wege als Uranoxyd).

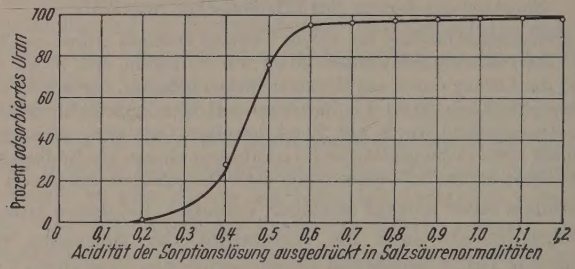

Abb. 1. Abhängigkeit der Adsorption des Urans von der Acidität der Sorptionslösung

Aus der Kurve geht hervor, daß auch die Anreicherung von Milligrammengen Uran ab einer Gesamtsalzsäurekonzentration von 0,6 n bereits quantitativ erfolgt.

Ermittlung der Durchbruchkapazität der verwendeten Ionenaustauschersäulen

Nach der S. 405 angegebenen Arbeitsvorschrift wurden Versuche mit einer Urankonzentration von 0,15 mg/ml Sorptionslösung und einer Fließgeschwindigkeit von 0,5 ml/min ausgeführt.

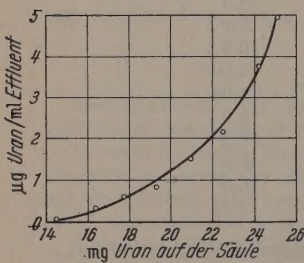

Abb. 2. Ermittlung der Durchbruchkapazität der verwendeten Säule

Die in Abb. 2 veranschaulichten Ergebnisse zeigen, daß bis zu 14 mg Uran vom Austauscher praktisch quantitativ festgehalten werden. Da jeweils 1,35 g Harz verwendet worden ist, beträgt die Durchbruchkapazität 10,8 mg Uran für 1 g Harz.

Einfluß von Fremdionen

Der Einfluß von Fremdionen bei der vorliegenden Methode wurde nach der auf S. 406 (2) angegebenen Arbeitsvorschrift untersucht, wobei die (bei der früher mitgeteilten Methode[8]) nicht störenden Ionen ausgelassen, dagegen die störenden Ionen weitestgehend auf ihren Einfluß auf die Säulentrennung untersucht wurden.

* Oder eine im Bereich zwischen 4 und 5 n liegende Salzsäurekonzentration.

Die Ergebnisse einer Reihe von mit diesen Ionen — bei gleichzeitiger Anwesenheit von 2,0 μg Uran — durchgeführten Versuchen sind in Tab. 2 wiedergegeben. Danach verläuft eine Trennung des Urans von Wolfram und Molybdän durchaus quantitativ und zwar tritt diese bei der Elution des Urans mit 0,1 n Salzsäure auf, mittels der nur das Uran, nicht aber die anderen Elemente eluiert werden. Dies ist auf die sehr hohen Verteilungskoeffizienten dieser Elemente in 0,1 n Salzsäure zurückzuführen[4].

Tabelle 2

Ion	Menge des betreffenden Ions mg	Angewendete Uranmenge μg	Wiedergefundene Uranmenge μg
W^{6+}	1,0	2,0	2,0
W^{6+}	0,5	2,0	1,95
W^{6+}	0,3	2,0	2,07
W^{6+}	0,1	2,0	2,0
Mo^{6+}	1,0	2,0	2,08
Mo^{6+}	0,5	2,0	1,92
Mo^{6+}	0,3	2,0	1,96
Mo^{6+}	0,1	2,0	2,09

Da größere Mengen von Chloridionen die Adsorption des Urans am Harz stark herabsetzen, schließt man die Proben nicht wie üblich mit wasserfreier Soda auf, sondern führt den Aufschluß auf saurem Wege durch (siehe unten (1)).

Tabelle 3

Anwesende Natriumchloridmenge g	Gefundene Uranmenge in μg/g	Gefundene Uranmenge* in μg/g	Differenz in Mikrogramm Uran
2,32	80,7	81,0	0,3
0,46	132,7	142,7	10,0

* Nach Zusatz von 10 μg Uran zwecks Kontrolle.

Als Beispiel für diesen Chlorideinfluß dienen die in Tab. 3 angeführten Ergebnisse einer Kohlenaschenanalyse (siehe auch Tab. 6), woraus hervorgeht, daß das Uran nur bis zu einer Natriumchloridkonzentration von 460 mg/100 ml quantitativ adsorbiert wird (richtig wiedergefundener Zusatz!).

Arbeitsvorschrift

1. Aufschluß der Probe. 1 g der Probe wird in eine geräumige Platinschale gebracht und mit konz. Flußsäure auf dem Wasserbad eingedampft (da sich in manchen Fällen etwas Platin aus der Schale herauslöst, das dann am unteren Teil des Harzbettes mit roter Farbe adsorbiert wird, ist es von Vorteil, an Stelle der Platinschalen Schalen aus säurebeständigem Kunststoff zu verwenden). Der Rückstand wird dann erneut mit konz. Flußsäure unter gleichzeitigem Zusatz von einigen Millilitern konz. Salpetersäure eingedampft.

Der Eindampfrückstand wird zur Überführung der Fluoride in Nitrate 3—4mal mit konz. Salpetersäure auf dem Wasserbad abgeraucht. Da größere Mengen von Nitraten die Säulenoperation stören können, wird der Rückstand mit heißer 4 n

Salzsäure in eine Glas- oder Porzellanschale gespült (bei Anwendung von Plastikschalen ist eine derartige Operation nicht notwendig, da alles in ein und derselben Schale durchgeführt werden kann). Die Lösung wird einige Male (2—3mal) mit konz. Salzsäure (oder auch 4 n Salzsäure) auf dem Wasserbad eingedampft. Der vollkommen trockene Rückstand wird unter gelindem Erwärmen in 50 ml 4 n Salzsäure* gelöst und die Lösung durch ein Schwarz- oder Weißbandfilter unmittelbar in einen 100 ml-Meßkolben filtriert und mit weiteren 50 ml 4 n Salzsäure* nachgewaschen.

2. Säulenoperation. Das, wie auf S. 403 angegeben, in die Säule eingefüllte Harz wird mit 50 ml einer Mischung von 20 ml 4 n Salzsäure* und 80 ml Alkohol gewaschen**.

Dem nach (1) erhaltenen, 100 ml betragenden Filtrat wird zweckmäßig ein aliquoter Teil von 25 ml entnommen. Zur Reduktion der Eisen(III)-ionen wird innerhalb 1 Std portionsweise Ascorbinsäure zugesetzt, bis sich der Farbton der Lösung nicht mehr ändert. Dazu sind meist 2 g Ascorbinsäure ausreichend. Hierauf werden 100 ml Äthanol und noch 0,5 g Ascorbinsäure zugefügt. Nach 1 Std ist die Reduktion des dreiwertigen Eisens praktisch vollständig (ein Zutritt von Luftsauerstoff zur Lösung und damit Re-Oxydation der Eisen(II)-ionen wird durch den anwesenden Alkohol stark behindert). Hierauf wird die Lösung mit einer Geschwindigkeit von 0,5 ml/min durch die vorbehandelte Säule fließen gelassen.

Anschließend wird das Harz mit 50—100 ml einer mindestens 2 Std alten ascorbinsäurehaltigen Lösung (2 g Ascorbinsäure/100 ml), bestehend aus 20 ml 4 n Salzsäure und 80 ml Alkohol, so lange gewaschen, bis im Effluent kein Eisen mehr nachweisbar ist (zu 5—10 ml des Effluenten wird 1 Spatelspitze Kalium- oder Natriumchlorat zugesetzt, kurz erwärmt, abkühlen gelassen und Kalium- oder Ammoniumrhodanid zugefügt) und dann mit etwa 50 ml desselben Gemisches (ascorbinsäurefrei) zwecks Entfernung der Ascorbinsäure.

Tabelle 4. *Uranbestimmungen in Thuresiten und Karlsteiniten*

Material	Resultate in Mikrogramm Uran/g	Resultate nach Zusatz von 10 μg Uran in Mikrogramm Uran/g	Differenz in Mikrogramm Uran
Thuresit 1	19,7	30,0	10,3
Thuresit 2	29,4	39,5	10,1
Thuresit 1	22,1	32,6	10,5
Thuresit 4	16,0	25,6	9,6
Thuresit 5	16,2	25,5	9,3
Thuresit 6	22,4	32,7	10,3
Thuresit 7	42,2*	52,0	9,8
Karlsteinit 1	23,3	33,7	10,4
Karlsteinit 2	35,7	45,4	9,7
Karlsteinit 3	43,2	53,0	9,8
Karlsteinit 4	62,7	72,9	10,2
Karlsteinit 5	57,7	67,2	9,5

* Nach einem Sodaaufschluß wurde der Wert von 42,8 μg Uran/g gefunden.

Hierauf wird das Uran mit 100 ml an Äther gesättigter 0,1 n Salzsäure unmittelbar in einen 100 ml-Meßkolben eluiert. Diesem wird ein aliquoter Teil des Eluats entnommen, in einer Quarzschale auf dem Wasserbad eingedampft und der

* Siehe Fußnote * S. 404.

** Diese Mischung soll 12—24 Std alt sein (s. a. Fußnote * S. 403).

Rückstand kurz geglüht und erneut nach Zusatz von einigen Millilitern 4 n Salzsäure eingedampft. Der Rückstand besteht aus reinem Uranylchlorid.

3. Quantitative Bestimmung des Urans. Diese wird auf eine schon mehrmals beschriebene Art polarographisch unter Anwendung der katalytischen Nitratwelle durchgeführt[3,5,7–9].

Tabelle 5. *Uranbestimmungen in Phosphaten und Bauxiten*

Material	Resultate in Mikrogramm Uran/g	Resultate nach Zusatz von 10 μg Uran in Mikrogramm Uran/g	Differenz in Mikrogramm Uran
Phosphat 1	35,2	46,0	10,8
Phosphat 2	20,3	30,1	9,8
Phosphat 3	17,5	27,0	9,5
Phosphat 4	22,5	33,0	10,5
Phosphat 5	16,3	26,9	10,6
Bauxit 1	5,7	15,2	9,5
Bauxit 2	2,8	12,7	9,9
Bauxit 3	33,8	44,0	10,2
Bauxit 4	20,5	30,8	10,3
Bauxit 5	80,9	90,7	9,8

Tabelle 6. *Uranbestimmungen in Kohlenaschen*

Material	Resultate in Mikrogramm Uran/g	Resultate nach Zusatz von 10 μg Uran in Mikrogramm Uran/g	Differenz in Mikrogramm Uran
Kohlenasche 1*	132,7	142,7	10,0
Kohlenasche 2	32,0	42,2	10,2
Kohlenasche 3	65,6	74,8	9,2
Kohlenasche 4	116,0	126,5	10,5
Kohlenasche 5**	2280	2775***	495,0

* Diese Asche wurde einerseits auf fluorimetrischem Wege untersucht, wobei ein Wert von 140 μg Uran/g gefunden wurde, andererseits mittels der unlängst mitgeteilten Ionenaustauschmethode[8] (gefundener Wert: 125,0 μg Uran/g).

** Bei der Analyse dieser Probe fiel nach Zugabe des Äthanols (siehe S. 406 (2)) Calciumsulfat aus, das nach Ablauf von 10—12 Std abfiltriert und mit 50 ml eines analog zur Sorptionslösung zusammengesetzten Gemisches gewaschen wurde. Die Waschlösung wurde mit der Sorptionslösung vereinigt und die Säulenoperation durchgeführt. Es konnte festgestellt werden, daß das abfiltrierte Calciumsulfat kein Uran enthielt.

*** Wegen des sehr hohen Urangehaltes dieser Asche wurden nicht wie bei allen anderen Analysen 10 μg Uran, sondern 500 μg Uran zugesetzt.

Nach dieser Arbeitsvorschrift wurden die in den Tab. 4—6 gezeigten Versuchsergebnisse erzielt. Diese Uranbestimmungen in Thuresiten, Karlsteiniten, Phosphaten, Bauxiten, und Kohlenaschen wurden durch Parallelbestimmungen (wobei der Sorptionslösung jeweils bekannte Uranmengen zugesetzt wurden) überprüft (Spalte 3). Wie ein Vergleich der Werte der Spalten 2 und 3 zeigt, liegt die Differenz (Spalte 4), die der

zugesetzten Uranmenge entsprechen soll, in erträglichen Grenzen, so daß die vorliegende Methode bei allen untersuchten Proben, ganz gleichgültig ob sie Wolfram enthielten (Thuresite, Karlsteinite) oder nicht (Bauxite, Phosphate, Kohlenaschen), mit großer Genauigkeit angewendet werden konnte.

Zusammenfassung

Die vorliegende Ionenaustauschmethode ermöglicht es, Uran sowohl in wolframhaltigen Gesteinen (Thuresiten und Karlsteiniten) als auch in gewöhnlich wolframfreien Materialien (Phosphaten, Bauxiten und Kohlenaschen) nach Durchführung einer Säulenoperation mit großer Genauigkeit zu bestimmen. Uran bildet in einer Mischung, bestehend aus 20% 4 n Salzsäure und 80% 95%igem Äthanol, einen negativ geladenen Uranylchloridkomplex, der zum Unterschied von den meisten anderen Elementen vom stark basischen Anionenaustauscher Dowex-1 (Chloridform) quantitativ festgehalten wird. Anwesende Eisen(III)-ionen werden durch Zusatz von Ascorbinsäure in den zweiwertigen Zustand übergeführt. Nach dem Waschen des Harzes mit einem der Sorptionslösung analogen, ascorbinsäurehaltigen Gemisch aus 4 n Salzsäure und Äthanol wird das Uran mit äthergesättigter 0,1 n Salzsäure eluiert. Dadurch wird eine vollständige Trennung des Urans von Wolfram und Molybdän sowie praktisch allen anderen zu erwartenden Elementen erzielt, so daß das Uran im Eluat störungsfrei polarographisch unter Anwendung der katalytischen Nitratwelle bestimmt werden kann.

An dieser Stelle möchten wir Herrn Dr. Thomas Schönfeld (I. Chemisches Universitätsinstitut, Wien) für die Durchführung der fluorimetrischen Kontrollanalysen sowie für die Überlassung dieser Probe unseren Dank sagen.

Literatur

[1] Antal, P., J. Korkisch u. F. Hecht: J. Inorg. Nucl. Chem., im Druck. — [2] Hahofer, E., u. F. Hecht: Mikrochim. Acta (Wien) **1954**, 417; vgl. diese Z. **147**, 369 (1955). — [3] Hecht, F., J. Korkisch, R. Patzak u. A. Thiard: Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 1283; vgl. diese Z. **155**, 56 (1957) — [4] Huffman, E. H., R. L. Oswalt u. L. A. Williams: J. Inorg. Nucl. Chem. **3**, 49 (1956). — [5] Korkisch, J.: Diss. Univ. Wien, **1957**. — [6] Korkisch, J., P. Antal u. F. Hecht: J. Inorg. Nucl. Chem. im Druck. — [7] Korkisch, J., A. Farag u. F. Hecht: Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 415; vgl. diese Z. **168**, 61 (1959). — [8] Korkisch, J., A. Farag u. F. Hecht: diese Z. **161**, 92 (1958). — [9] Korkisch, J., M. R. Zaky u. F. Hecht: Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 485; vgl. diese Z. **161**, 396 (1958). — [10] Samuelson, O.: Ion Exchangers in Analytical Chemistry. New York: Wiley; Stockholm: Almqvist & Wiksell; **1953**, S. 95. — [11] Yoshino, Y., u. Y. Kurimura: Bull. chem. Soc. Japan **30**, (6), 563 (1957); vgl. Anal. Abstr. **1958**, 2096.

Dr. J. Korkisch, II. Chemisches Institut der Universität, Wien IX, Währingerstraße 38

Aus dem Institut für analytische Chemie an der
Technischen Hochschule für Chemie Leuna-Merseburg

Oxydimetrische Bestimmung des Wolframs nach Reduktion mit Zink

Von

R. Geyer und G. Henze

(Eingegangen am 24. September 1959)

Die Wolframbestimmung auf oxydimetrischem Wege bereitet erhebliche Schwierigkeiten. O. v. d. Pfordten[9], E. Kuklin[5] sowie E. Knecht u. E. Hibbert[4] reduzieren mit Zink, wobei sich übereinstimmend 4wertiges Wolfram bilden soll, und titrieren anschließend mit einem Oxydationsmittel. G. Dotreppe[1], der ein ähnliches Verfahren empfiehlt, gelangt mit Zink jedoch bis zur Wertigkeitsstufe 3,5, und R. C. Lopez u. L. V. Fingairino[6] erhalten nur 5wertiges Wolfram im Endzustand. Andere Autoren[10] schließlich beobachteten mit Zink keinen definierten Reduktionsverlauf und raten deshalb von einer Bestimmung des Wolframs auf diesem Wege ab. Trotz dieser widerspruchsvollen Angaben werden die Verfahren, die auf der Bildung von W^{IV} beruhen, auch in bekannten Lehr- und Handbüchern der analytischen Chemie[7] immer noch angeführt.

Wir beobachteten bei Potentialmessungen an teilweise reduzierten Wolframlösungen*, daß mit Überschreiten der Wertigkeit 4 niemals eine wesentliche Änderung des Potentials verbunden war. Diese Feststellung nahmen wir zum Anlaß, um die Reduktion von W^{VI}-Lösungen mit Zink nochmals sorgfältig zu überprüfen.

Einfluß der Zinkmenge

Die Nachprüfung der in der Literatur beschriebenen Verfahren ergab ausnahmslos unbrauchbare Resultate. Dabei zeigte sich, daß die benutzte Zinkmenge deutlichen Einfluß auf die Ergebnisse ausübte. Wir untersuchten daher zuerst die Reduktion von W^{VI} in Abhängigkeit von der Menge des angewandten Zinks.

Für die Reduktion gingen wir von einer wäßrigen Na_2WO_4-Lösung mit 13,75 g W/l aus. Die Ermittlung des Titers erfolgte gravimetrisch durch Abscheiden von Wolframsäure. Eine abgemessene Menge dieser Lösung wurde mit etwa dem zehnfachen Volumen an konz. Salzsäure versetzt. Die anfänglich sich ausscheidende

* Über diese Untersuchungen soll später ausführlich in dieser Zeitschrift berichtet werden.

H_2WO_4 geht nach kurzer Zeit wieder in Lösung, wahrscheinlich als Oxochlorowolframat(VI). Zur Reduktion benutzten wir granuliertes Zink („Zinc. met. puriss. granul. pro uso forensi", VEB Berlin-Chemie) und arbeiteten unter CO_2. Um den Reduktionsgrad zu bestimmen, wurde die reduzierte Lösung nach völliger Auflösung des Zinks mit überschüssiger Eisen(III)-sulfatlösung versetzt. Dadurch wird der Einfluß des Luftsauerstoffs bei der Titration ausgeschaltet. Das gebildete Fe^{II} titrierten wir dann mit Cer(IV)-sulfatlösung bei Gegenwart von H_3PO_4 und Ferrophenanthrolin als Indicator, der im Äquivalenzpunkt von Orangerot nach Gelbgrün umschlägt. Der Leerverbrauch wurde vor jedem Versuch festgestellt.

Tab. 1 gibt als Beispiel eine Versuchsreihe in stark salzsaurer Lösung wieder. Man erkennt, daß der Reduktionsgrad mit der eingesetzten Zinkmenge zunimmt. Eine bestimmte Wertigkeitsstufe wird aber nicht erreicht. Von 20 g Zn an stellt sich ungefähr 3,8 als Endzustand ein. Mithin muß sich teilweise 3wertiges Wolfram bilden. Vergleicht man in Tab. 1 die für jeweils eine bestimmte Zinkmenge erhaltenen Parallelwerte untereinander, so sieht man, daß sich eine Übereinstimmung innerhalb 3—5% erzielen läßt. Eine solche genügt aber den üblichen Ansprüchen bei Wolframbestimmungen nicht.

Tabelle 1. *Reduktion von Wolfram(VI) mit granuliertem Zink.* Angewandt: 10 ml Na_2WO_4-Lösung (0,14 g W); 100 ml konz. Salzsäure

Zn	Verbrauch an Ce^{IV}-Lösung (n = 0,1154)					Erreichte Wertigkeit
g	ml				Mittel	
5	5,1;	5,4;	5,2;	5,4	5,3	5,18
10	10,3;	10,1;	10,0;	10,2	10,2	4,44
15	13,0;	12,0;	12,6;	12,3	12,4	4,09
20	14,2;	14,4;	14,2;	13,7	14,1	3,82
30	13,9;	14,5;	14,0;	14,3	14,2	3,80

Wenn Verfahren beschrieben werden, bei denen mit Zn die Reduktionsstufen 5,0, 4,0 oder 3,5 sich einstellen lassen, so können verschiedene, zum Teil kinetische Einflüsse dafür verantwortlich sein. Jene Werte entsprechen nicht den Potentialen der beteiligten Redoxpaare. Es ist bekannt, daß W^{VI} durch das edlere Sn[8] anstelle von Zn, desgleichen durch die Amalgame von Pb und Cd[11] quantitativ zu W^{III} reduziert wird. Mit Zinkgranalien findet dagegen keine vollständige Reduktion zu W^{III} statt, weil die Wasserstoffentwicklung mit zu großer Geschwindigkeit verläuft. Hinzu kommt, daß die Beständigkeit von W^{III} durch die auftretende Erwärmung und durch die erhebliche Abnahme des Säuregrades während der Reduktion stark verringert wird. Bei Sn und den Amalgamen tritt die Wasserstoffentwicklung zurück, so daß sich W^{III} leichter bilden kann.

Untersuchungen in Anwesenheit von H_3PO_4 + HCl erbrachten im wesentlichen das gleiche Bild. Eine definierte Wertigkeitsstufe stellt sich auch mit diesem Säuregemisch nicht ein. Die Reduktion verläuft lediglich langsamer, und es kommt bei Abnahme des Säuregrades zur Bildung brauner Hydrolysenprodukte.

Reduktion mit Zinkstaub

Ein brauchbares oxydimetrisches Verfahren ist dann zu erwarten, wenn bei der vorangehenden Reduktion eine thermodynamisch stabile Endstufe entsteht. Da Sn und einige Amalgame wie erwähnt quantitativ W^{III} ergeben, muß auch mit dem unedlen Zn diese Wertigkeitsstufe erreichbar sein, sofern nur geeignete Arbeitsbedingungen angewandt werden.

Während J. Kassler[3] für die Reduktion von Mo^{VI}-Lösungen Zinkstaub als ungeeignet angibt, ist er nach unseren Versuchen für die Reduktion von W^{VI} dagegen sehr brauchbar. Die Reduktion führt nämlich schnell und quantitativ zu W^{III}. Hierbei schlägt die braune Farbe, wie sie bei der Verwendung von granuliertem Zn im Endzustand auftritt, nach kurzer Zeit in Dunkelgrün um. Dieser Farbton ist dem W^{III} in stark salzsaurer Lösung eigentümlich. Ohne besondere Vorkehrungen bereits gelangten wir mit Zinkstaub zur Wertigkeit 3,05. Wird die Lösung, sobald sie jenen grünen Farbton angenommen hat, noch über etwas Zinkstaub oder Cadmiumspäne filtriert, so erhält man quantitativ W^{III}.

Den sehr auffälligen Unterschied gegenüber der Wirkung von granuliertem Zn führen wir darauf zurück, daß infolge der relativ großen Oberfläche des Zinkstaubs die W^{III}-Bildung erfolgen kann, bevor die Säurekonzentration sich wesentlich verringert hat. Die $W^{VI/V}$- und die $W^{V/III}$-Potentiale* sind stark vom p_H-Wert der Lösung abhängig, und zwar verschieben sie sich bei Abnahme des Säuregrades nach negativen Werten. Günstige Reduktionsbedingungen liegen mithin vor, wenn die hohe Anfangskonzentration der Säure während der Reduktion möglichst weitgehend erhalten bleibt.

Für diese Versuche verwendeten wir zwei Sorten von Zinkstaub. Diese waren von unterschiedlicher Wirkung. Die Reduktion unter Benutzung eines Präparates des VEB Berlin-Chemie („Zinc. metallicum pulv. subt."), das 2,4% Pb enthielt, verlief wesentlich schneller als mit einem Zinkstaub von Riedel-de Haën („Zinkstaub für Analyse") mit 0,16% Cu. Dieses führte nur sehr langsam zu rein grünen W^{III}-Lösungen. Offensichtlich beeinflussen die Verunreinigungen den Reduktionsverlauf. Dies erkannten wir daran, daß Zusätze von Kupfersulfat bzw. von Bleiacetat zum Reaktionsgemisch mit dem Cu- bzw. Pb-freien Zinkstaub die gleichen Wirkungen hervorriefen. Während mit Pb eine Beschleunigung eintrat, verlangsamte Cu den Reduktionsablauf deutlich. Dieser Einfluß des Kupfers war bereits bei früheren Reduktionsversuchen[2] mit dem Silberreduktor in Erscheinung getreten.

Vorschrift zur Titration von Wolfram(VI)-Lösungen

Die W^{VI}-Lösung wird auf ein möglichst kleines Volumen gebracht und in einem Erlenmeyerkolben (~ 300 ml) mit etwa der 7fachen Menge an konz. Salzsäure versetzt. Unter ständigem Umschwenken des Kölbchens reduziert man durch

* Vgl. Fußnote auf S. 409.

portionsweises Zugeben von Zinkstaub (etwa unter Zusatz von etwas Bleiacetat). Dabei wird mit fließendem Wasser gekühlt, so daß die Temperatur der Lösung 20° C nicht übersteigt. Für Wolframmengen von 50—250 mg kommt man mit etwa 5—7 g Zinkstaub aus. Die grüne Lösung des leicht oxydierbaren Wolfram(III) gießt man dann über eine 10 cm hohe Säule von Cadmiumspänen, die sich in einem Filterrohr befinden, das dem bekannten Jones-Reduktor ähnlich ist. Unter der Cadmiumschicht befindet sich Glaswolle, um die feinen Metallteilchen zurückzuhalten. Das mit einem Glashahn versehene Abflußrohr des Reduktors taucht mit seiner Spitze in eine Mischung von 50 ml 0,1 m Eisen(III)-sulfatlösung und 10 ml konz. Phosphorsäure ein. Das Reduktionsgefäß sowie das Filterrohr mit der Cadmiumsäule werden mit 100 ml halb konzentrierter Salzsäure nachgewaschen. Die Titration erfolgt mit 0,1 m Cer(IV)-sulfatlösung unter Verwendung von Ferrophenanthrolin als Indicator. Das Titrationsvolumen kann bis 250 ml betragen. Ein auf analoge Weise erhaltener Leerverbrauch ist zu berücksichtigen. Dieser betrug bei unseren Versuchen gleichbleibend 0,30 ml.

Tabelle 2. *Wolframbestimmung nach Reduktion mit Zinkstaub*

Vers. Nr.	Angewandt WO_3 mg	Verbrauch an Ce^{IV}-Lösung (n 0,1156) ml	Gefunden WO_3 mg	Abweichung mg
1	173,4	24,42	173,3	— 0,2
2	173,4	24,40	173,1	— 0,2
3	173,4	24,46	173,6	+ 0,2
4	173,4	24,46	173,6	+ 0,2
5	173,4	24,46	173,6	+ 0,2
6	173,4	24,41	173,2	— 0,2
7	173,4	24,46	173,6	+ 0,2
8	173,4	24,41	173,2	— 0,2
9	173,4	24,41	173,2	— 0,2
10	173,4	24,36	172,9	— 0,5
11	104,0	14,56	103,3	— 0,7
12	104,0	14,56	103,3	— 0,7
13	104,0	14,66	104,0	± 0,0
14	104,0	14,71	104,4	+ 0,4
15	86,7	12,21	86,6	— 0,1
16	86,7	12,21	86,6	— 0,1
17	86,7	12,21	86,2	— 0,5
18	86,7	12,26	87,0	+ 0,3
19	86,7	12,26	87,0	+ 0,3
20	86,7	12,21	86,6	— 0,1
21	52,0	7,30	51,8	— 0,2
22	52,0	7,33	52,0	± 0,0
23	52,0	7,26	51,5	— 0,5
24	52,0	7,30	51,8	— 0,2

Die in Tab. 2 enthaltenen Bestimmungen wurden nach der angegebenen Vorschrift ausgeführt. Man erkennt die gute Übereinstimmung mit den Sollwerten. Die Standardabweichung, errechnet aus den Werten der Tab. 2, beträgt ± 0,321 mg WO_3. Daraus leitet sich eine Reproduzierbarkeit

der Werte innerhalb $\pm$ 0,67 mg WO_3 ab, für eine statistische Sicherheit von 95%. Eine Wolframbestimmung auf diesem Wege kann in etwa 10 min durchgeführt werden. Von Vorteil ist, daß nicht unter Luftabschluß gearbeitet zu werden braucht.

Zusammenfassung

Stark salzsaure Wolframatlösungen lassen sich mit Zinkstaub quantitativ zu W^{III} reduzieren. Auf dieser Grundlage wird ein schnelles und genaues volumetrisches Verfahren zur Wolframbestimmung entwickelt. Bei geeigneter Arbeitsweise ist die Ausschaltung des Luftsauerstoffes nicht erforderlich. Die Titration erfolgt mit Cer(IV)-sulfat.

Literatur

[1] Dotreppe, G.: Chim. et Ind. **25**, 173 (1931). — [2] Höltje, R., u. R. Geyer: Z. anorg. allg. Chem. **246**, 243 (1941). — [3] Kassler, J.: diese Z. **75**, 457 (1928). — [4] Knecht, E., u. E. Hibbert: Analyst **36**, 96 (1911); vgl. diese Z. **62**, 303 (1923). — [5] Kuklin, E.: Stahl u. Eisen **24**, 27 (1904). — [6] Lopez, R. C., u. L. V. Fingairino: Chem. Abstr. **1949**, 5699. — [7] Lundell, G. E. F., J. I. Hoffmann u. H. A. Bright: Chemical Analysis of Iron and Steel, New York, Verlag J. Wiley & Sons, 1931, S. 329. — Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute: Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium, Düsseldorf, Verlag Stahleisen, 1939, Bd. 2, S. 122. — Kolthoff, I. M., u. R. Belde: Volumetric Analysis, New York, Intersci. Publ. 1957, Vol. III, S. 92. — [8] Olsson, O.: Ber. dtsch. chem. Ges. **46**, 566 (1913). — [9] v. d. Pfordten, O.: diese Z. **24**, 92 (1885). — [10] Pisani, F.: C. R. Acad. Sci. **59**, 301 (1864). — Zethow, E.: Poggendorfs Ann. **80**, 23 (1867). — Herting, O.: Z. angew. Chem. **14**, 166 (1901). — Holt, M. L.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **6**, 476 (1934); vgl. diese Z. **101**, 199 (1935). — [11] Someya, K.: Z. anorg. allg. Chem. **145**, 168 (1925); vgl. diese Z. **85**, 197 (1931).

Prof. Dr. R. Geyer, Technische Hochschule für Chemie, Halle (Saale), Neuwerk 7

Aus dem analytischen Laboratorium des VEB Chemische Fabrik Miltitz, Miltitz bei Leipzig

Eine oxydimetrische Bestimmungsmethode für Diacetyl

Von

Fritz Wolf

(Eingegangen am 7. Oktober 1959)

Diacetyl kann gravimetrisch, colorimetrisch oder photometrisch und polarographisch bestimmt werden. Handelt es sich um die Bestimmung höherer Diacetylkonzentrationen, so wird die gravimetrische Methode in den Laboratorien noch immer am meisten bevorzugt. Sie beruht auf der Überführung von Diacetyl in Diacetyldioxim, welches mit Nickelsalzen einen schwer löslichen, roten Niederschlag von Nickeldiacetyldioxim bildet. Der Grund für die Bevorzugung dieser Arbeitsweise liegt

in dem geringen apparativen Aufwand und in der hohen Spezifität der Reaktion. Der Nachteil dieser von C. B. VAN NIEL[5] ausgearbeiteten und später von SCHMALFUSZ u. RETHORN[6] modifizierten Methode besteht in der Dauer der Bestimmung, die mindestens 6 Std beträgt, und in der Umständlichkeit, die das Wesen von gravimetrischen Analysen ist. Es war daher wünschenswert, für die Kontrolle des großtechnisch hergestellten Diacetyls eine schnelle, einfache und genaue Analysenvorschrift auszuarbeiten. Eine solche Vereinfachung auf maßanalytischem Wege zu erreichen, war das Ziel der vorliegenden Arbeit.

Wie S. BEZZI[1] gezeigt hat, läßt sich Diacetyl in schwach schwefelsaurer Lösung mit Perhydrol nach einer Vorschrift von H. S. FRY u. J. H. PAYNE[3] bei einer Temperatur von 95° C zu Essigsäure und Ameisensäure oxydieren. BEZZI führt aber an, daß bei den gewählten Bedingungen die Reaktion nicht quantitativ verläuft. In der Reaktionsflüssigkeit befindet sich noch unverändertes Diacetyl, obwohl Perhydrol in fast 100%igem Überschuß zugegeben worden ist. Die eigenen Untersuchungen verfolgten den Zweck, diese Oxydationsreaktion mit Perhydrol auf ihre analytische Brauchbarkeit zu prüfen, eventuell unter Änderung der Reaktionsbedingungen. Die Oxydation des Diacetyls läuft so ab, daß bei Zugabe eines Überschusses an Wasserstoffperoxyd die gelbe Farbe des Diacetyls verschwindet. C. A. BUNTON[2] nimmt an, daß zunächst eine Addition des Hydroperoxyions HOO^-, das durch Ionisierung des Wasserstoffperoxyds entsteht, an die CO-Gruppen des Diacetyls erfolgt. Erwärmt man die entfärbte Lösung, so kommt die gelbe Farbe des Diacetyls wieder zum Vorschein. Offensichtlich tritt bei höherer Temperatur eine teilweise Dissoziation des Additionsproduktes ein. Nach kurzer Zeit beginnt dann die eigentliche Spaltungsreaktion, deren Ergebnis die Sprengung der $-\overset{\overset{O}{\|}}{C}-\overset{\overset{O}{\|}}{C}-$-Gruppe und die Bildung von 2 Molen Essigsäure ist:

$$CH_3-\overset{\overset{O}{\|}}{C}-\overset{\overset{O}{\|}}{C}-CH_3 + HOOH \rightarrow 2\,CH_3COOH.$$

Will man diese Reaktion für eine Gehaltsbestimmung des Diacetyls benutzen, so muß man den Mangel in Kauf nehmen, daß Wasserstoffperoxyd kein spezifisches Oxydationsmittel darstellt. Ein nach einem bestimmten großtechnischen Verfahren hergestelltes Diacetyl ist aber hinsichtlich seiner möglichen Begleitstoffe genau definiert. Die Reaktionsfähigkeit dieser Verunreinigungen mit Wasserstoffperoxyd läßt sich daher kontrollieren und das eventuelle Ausmaß ihres Einflusses auf das Analysenergebnis feststellen. Diacetyl wird in der Regel durch Spalten der Isonitrosoverbindung des Methyläthylketons hergestellt. Unter den später angeführten Reaktionsbedingungen wird Methyläthylketon, das

als Verunreinigung des Diacetyls in Frage kommen kann, weder in der Kälte noch in der Wärme angegriffen. Das gleiche gilt für Äthanol, welches häufig zur Herstellung von Diacetylgebrauchslösungen verwandt wird.

Zum quantitativen Studium der Oxydation des Diacetyls durch Wasserstoffperoxyd wurde zu einer wäßrigen Diacetyllösung eine etwa 30%ige Perhydrollösung gegeben und nach einer bestimmten Wartezeit die gebildete Säure mit wäßriger Kalilauge titriert. Durch systematisches Variieren von p_H, Reaktionszeit, Konzentration des Wasserstoffperoxyds, des Diacetyls und der Temperatur wurden die günstigsten Reaktionsbedingungen ermittelt.

Vorversuche zeigten, daß Diacetyl durch Wasserstoffperoxyd in neutraler, alkalischer und saurer Lösung oxydiert wird. Bei neutraler *Reaktion der Lösung* ist die Reaktionsgeschwindigkeit verhältnismäßig gering, was durch die nur allmähliche Entfärbung der gelben Diacetyllösung zum Ausdruck kommt. Mit steigendem Säurezusatz erfolgt aber das Farbloswerden der Analysenflüssigkeit und somit die Oxydation des Diacetyls immer rascher. Das Entfärben der Lösung bedeutet aber nicht, daß die Oxydationsreaktion schon beendet ist. Nach kürzerer Wartezeit ist nur ein Teil der gebildeten Diacetyl-Wasserstoffperoxyd-Additionsverbindung zu Essigsäure oxydiert worden. Erhitzt man daher die entfärbten Lösungen auf dem Wasserbad, so tritt erneut Gelbfärbung durch Zerfall der noch vorhandenen Additionsverbindung auf. Zur schnelleren und restlosen Umsetzung muß daher die Lösung noch so lange erwärmt werden, bis auch die wieder aufgetretene Gelbfärbung verschwunden ist. Durch diese Tatsache ist die Bestimmung des Diacetyls in neutralem oder saurem Medium etwas umständlicher als in alkalischer Lösung. Läßt man nämlich eine Diacetyllösung in überschüssige alkalische Wasserstoffperoxydlösung einfließen, so wird die Lösung augenblicklich farblos und ein anschließendes Erhitzen erzeugt keine Gelbfärbung. Die glatte Reaktion des Diacetyls mit Wasserstoffperoxyd in alkalischer Lösung ist nicht überraschend, da nach den Feststellungen von Bunton[2] diese Umsetzung basenkatalysiert ist. Es muß zwar beachtet werden, daß die bei der Oxydation entstandene Essigsäure bei p_H 8—9 und bei einer Temperatur von + 90° C angegriffen werden kann[7]. Unter den endgültig gewählten Versuchsbedingungen haben wir aber eine störende Oxydation der Essigsäure nicht beobachtet.

Der eventuellen Veränderlichkeit der Essigsäure wurde auch bei der Festlegung der *Reaktionstemperatur* Rechnung getragen. Die Oxydation von Diacetyl ist ein exothermer Vorgang. Bei hohen Diacetylkonzentrationen und geringem Reaktionsvolumen kann sich die Lösung bis auf etwa 100° C erwärmen. Wie W. H. Hatcher u. G. W. Holden[4] gefunden haben, findet bei 25° C zwischen Essigsäure und Wasserstoffperoxyd keine

Reaktion statt. Bei 100° C dagegen kann die aus dem Diacetyl gebildete Essigsäure bis zu Kohlendioxyd und Wasser abgebaut werden. Dieser Abbau geht nicht unmittelbar vor sich, sondern erfolgt über die Stufen der Peressigsäure, Glykolsäure, Glykolpersäure, Glyoxylsäure, Ameisensäure und schließlich Ameisenpersäure. Allerdings ist dieser Abbau der Essigsäure unter den von Hatcher u. Holden gewählten Bedingungen relativ gering. So beobachteten sie, daß die Essigsäure bei 100° C im Verlaufe 1 Std nur zu 5,5% oxydiert wurde. Unter Berücksichtigung dieser Tatsache wurden die eigenen Versuche nur bei Zimmertemperatur angesetzt. Nachteilige Einflüsse auf das Analysenergebnis wurden dann nicht festgestellt.

Die zur vollkommenen Oxydation des Diacetyls notwendige *Reaktionszeit* ist verschieden, je nachdem, ob man in alkalischem oder saurem Milieu arbeitet. Führte man die Bestimmung des Diacetyls in schwach saurer Lösung durch, so war bei gegebener Vorschrift eine Wartezeit von 10—15 min und anschließendes kurzes Erwärmen auf dem Wasserbad notwendig. Bei alkalischer Oxydation wurden gleich unmittelbar nach Zusammengeben der Lösungen gute Ergebnisse erhalten. Zur Sicherheit wurde hier eine Wartezeit von 5 min eingehalten. Verlängerung der Wartezeit auf z. B. 30 min bewirkte keine Veränderung im Ergebnis.

Die *Wasserstoffperoxydkonzentration* war gleichfalls von der Reaktion der Lösung abhängig. In saurem Medium genügte das 2fache der theoretisch benötigten Menge, um einen sicheren Ablauf der Reaktion zu ermöglichen. Bei der Oxydation in alkalischer Lösung wurde die Wasserstoffperoxydmenge auf mindestens das 3fache der Theorie erhöht, da ein Teil des Wasserstoffperoxyds durch die katalytische Wirkung der Alkalionen der Lauge zersetzt wird.

Die *Diacetylkonzentration* schließlich konnte innerhalb genügend großer Grenzen variiert werden. Die Begrenzung nach oben ergibt sich in der bei höheren Einwaagen immer größeren Wärmetönung des Prozesses, wodurch die Reaktion in ein nicht erwünschtes Temperaturbereich verschoben wird.

Experimenteller Teil

Reagentien

30%iges Wasserstoffperoxyd. Das Wasserstoffperoxyd muß frei von organischen Stabilisierungsmitteln sein. 1 ml Wasserstoffperoxydlösung verbrauchte 0,1 ml 0,5 n Kalilauge zur Neutralisation. Dieser Verbrauch muß vor der Berechnung von dem Gesamtverbrauch an 0,5 n Kalilauge abgezogen werden.

Diacetyl. Das Diacetyl wurde über die Additionsverbindung an Phosphorsäure gereinigt und anschließend einer Fraktionierung über eine Kolonne unterworfen. Die einheitlich siedende Mittelfraktion wurde zur Durchführung der Analysen benutzt. (KP 89,9° C bei 766 mm).

Bestimmung über das Nickeldiacetyldioxim: 99,8%. Es wurde das Mittel von fünf Einzelbestimmungen benutzt, die maximal um 1,2% voneinander abwichen.

Methyläthylketon. (KP 79,3°C bei 758 mm). Gehalt nach der Hydroxylaminhydrochloridmethode: 99,9%.

Phenolphthaleinlösung, Thymolblaulösung. Beide 0,1%ig in 90 vol-%igem Alkohol. Der zur Herstellung der Indicatorlösungen benutzte Alkohol wurde jeweils gegen den betreffenden Indicator mit 0,1 n wäßriger Kalilauge neutralisiert.

Weitere Reagentien. 90%iges Äthanol, DAB 6; 0,5 n wäßrige Kalilauge, 0,5 n Schwefelsäure; Eisessig pro analysi.

Durchführung der Versuche

Die analytische Bestimmung des Diacetyls mit Hilfe von Wasserstoffperoxyd beruht auf der Titration der durch die Reaktion entstehenden Essigsäure. Es wurde daher zunächst untersucht, ob und unter welchen Bedingungen Essigsäure meßbar zu Kohlendioxyd und Wasser abgebaut wird. Zu diesem Zweck wurde Essigsäure in neutraler, alkalischer und saurer Lösung verschieden lange und bei verschiedenen Temperaturen der Einwirkung von Wasserstoffperoxyd unterworfen. Bei Anwendung erhöhter Temperaturen wurde das Analysengemisch unter Rückfluß erhitzt. Die Ergebnisse sind in Tab. 1 enthalten. Bei den Versuchen in

Tabelle 1. *Oxydation von Essigsäure durch Wasserstoffperoxyd*

1. In alkalischer Lösung

	Temperatur °C	Essigsäure mg	Wasserstoffperoxyd ml	Wartezeit Minuten	vorgelegt 0,5 n KOH ml	Verbrauch 0,5 n KOH ml
1.	20	300	—	—	20	10,0
2.	20	300	2	—	20	10,0
3.	20	300	2	20	20	10,0
4.	20	300	2	60	20	10,0
5.	Wasserbad	300	2	5	20	10,0
6.	Wasserbad	300	2	60	20	10,0

2. In saurer Lösung

	Temperatur °C	Essigsäure mg	Wasserstoffperoxyd ml	Wartezeit Minuten	vorgelegt % H_2SO_4	Verbrauch 0,5 n KOH ml
7.	20	510	—	—	—	17
8.	20	510	1	—	—	17
9.	Wasserbad	510	1	60	—	16,9
10.	Wasserbad	510	1	60	2,5	16,9
11.	Wasserbad	510	1	60	5,0	16,9
12.	Wasserbad	510	1	60	10,0	16,65

alkalischer Lösung wurden 10 ml 3%ige Essigsäurelösung zu 20 ml 0,5 n Kalilauge gegeben. Dies entsprach den später gewählten Bedingungen für die Analyse des Diacetyls in alkalischem Milieu. Die Bestimmung in saurer Lösung wurde so durchgeführt, daß Essigsäure und Schwefelsäure eingewogen wurden und das Endvolumen durch Wasser jedesmal

auf 3,5 ml gebracht wurde. Unter diesen Bedingungen wurde später eine Reihe von Bestimmungen des Diacetyls in saurer Lösung vorgenommen.

Das angewandte Wasserstoffperoxyd war vorher neutralisiert worden. Die Versuche Nr. 1 und Nr. 7 sind Blindversuche bei Abwesenheit von Wasserstoffperoxyd. Die in alkalischer Lösung erhaltenen Werte zeigen, daß der Verbrauch an 0,5 n Kalilauge auch bei Wasserbadtemperatur und nach einstündiger Einwirkung des Wasserstoffperoxyds unverändert geblieben ist (Versuch Nr. 2—6). Die Versuche in saurer Lösung und bei der Temperatur des Wasserbades lassen dagegen mit steigender Säurekonzentration einen Verlust an Essigsäure erkennen (Versuch Nr. 9—12). Bei einem Gehalt von 10% Schwefelsäure beträgt die Abnahme etwa 2%. Daraus geht hervor, daß unter den angewandten Bedingungen im alkalischen Milieu günstigere Voraussetzungen für die Bestimmung des Diacetyls mit Wasserstoffperoxyd bestehen als in sauren Lösungen.

Das gleiche Ergebnis hatten Untersuchungen, die klären sollten, in welchem *p_H-Bereich* die Oxydation des Diacetyls am schnellsten erfolgt. Je 0,2 ml Diacetyl wurden in einer Mischung von 2 ml Wasserstoffperoxyd und von wechselnden Mengen 20%iger Schwefelsäure bei einem Gesamtvolumen von 3,5 ml oxydiert. Die Lösung wurde farblos, wobei zunächst die Additionsverbindung zwischen Diacetyl und Wasserstoffperoxyd entstand. Die zur Entfärbung notwendige Zeit wurde gemessen und war je nach Säurekonzentration verschieden:

Konzentration an H_2SO_4 %	Entfärbungsdauer Sekunden
0,75	16
3,0	7
6,0	3,5

Wurden die farblosen Lösungen auf dem Wasserbad erwärmt, so dissoziierten die noch nicht zur Essigsäure oxydierten Moleküle der Additionsverbindung und die gelbe Farbe des Diacetyls trat wieder auf. Noch nach 60 min konnte bei Reaktionsgemischen ohne oder mit nur geringem Säuregehalt an dem Wiedererscheinen der Gelbfärbung festgestellt werden, daß zu diesem Zeitpunkt das Diacetyl nicht quantitativ umgesetzt war. Zur vollständigen Umsetzung war je nach Säurekonzentration weiteres Erhitzen von verschiedener Dauer vorzunehmen. Die Reaktionsgeschwindigkeit in saurer Lösung nimmt also mit wachsender Säurekonzentration zu. Ohne zusätzliches Erwärmen stellt sich der Endpunkt der Reaktion nur langsam ein. Führt man dagegen die Oxydation des Diacetyls in alkalischer Lösung mit überschüssigem Wasserstoffperoxyd durch, so tritt augenblicklich Entfärbung ein, ohne daß bei anschließendem Erhitzen die Farbe des Diacetyls wieder zum Vorschein

kommt. Damit erscheint die Bestimmung des Diacetyls in alkalischer Lösung aussichtsreicher als in saurem Milieu, da in dem letzten die Reaktion wesentlich langsamer abläuft. Außerdem wirkt sich das beim Arbeiten in saurem Medium erforderliche Erwärmen unter Umständen dadurch ungünstig aus, daß sich Diacetyl verflüchtigen kann und die gebildete Essigsäure weiteroxydiert wird.

Bestimmung des Diacetyls in neutraler oder saurer Lösung

Trotzdem läßt sich auch für die Bestimmung des Diacetyls in saurer oder neutraler Lösung ein gutes Ergebnis erzielen, wenn folgende Bedingungen eingehalten werden:

Reaktion der Analysenlösung. Die Reaktion der Lösung wird ganz schwach sauer gehalten, bedingt durch den Gehalt des Wasserstoffperoxyds an Stabilisierungsschwefelsäure.

Konzentration an Wasserstoffperoxyd. Die Menge des Wasserstoffperoxyds soll etwa das Doppelte der theoretisch benötigten Menge betragen.

Reaktionszeit. Eine Reaktionszeit von etwa 10 min ist zu einer quantitativen Umsetzung ausreichend, wenn nach dieser Zeit bis zum Verschwinden der erneut auftretenden gelben Färbung erhitzt wird.

Diacetylkonzentration. Unter den anschließend beschriebenen Bedingungen ist es ratsam, nicht mehr als 200—300 mg Diacetyl einzuwiegen.

Die Arbeitsvorschrift für die Bestimmung des Diacetyls in neutraler oder saurer Lösung sei nur der Vollständigkeit halber und ohne nähere Ableitung angeführt. Wegen der oben beschriebenen Vorteile gilt die Bestimmung in alkalischem Milieu als die Methode der Wahl.

Arbeitsvorschrift für die Bestimmung von Diacetyl in neutraler oder saurer Lösung. In ein Kölbchen von 50 ml Inhalt mit eingeschliffenem Stopfen werden etwa 2,5 ml destilliertes Wasser eingemessen und 200—300 mg Diacetyl genau eingewogen. Hierauf gibt man mit einer Pipette 1 ml etwa 30%iges Wasserstoffperoxyd hinzu und verschließt den Kolben sofort. Unter Festdrücken des Stopfens schwenkt man leicht um und läßt die Mischung etwa 10—15 min lang stehen. Es ist Sorge zu tragen, daß der Stopfen während dieser Zeit infolge der eingetretenen Erwärmung nicht herausspringt. Nun wird mit gleicher Vorsicht auf dem Wasserbad erwärmt, bis die wieder auftretende Gelbfärbung verschwunden ist. Man läßt abkühlen, spült Stopfen und Kolbenwandung sorgfältig mit destilliertem Wasser ab und titriert die gebildete Essigsäure mit 0,5 n wäßriger Kalilauge (Phenolphthalein als Indicator). Der Farbumschlag nach schwach Rosa muß mindestens 10 min lang deutlich bestehen bleiben. Andernfalls ist nachzutitrieren.

In einem Blindversuch wird festgestellt, wieviel Milliliter 0,5 n KOH-Lösung zur Neutralisation eines Gemisches von 1 ml Wasserstoffperoxydlösung und 2,5 ml Wasser benötigt werden (Feinbürette).

Der Gehalt an Diacetyl ist:

$$\% \text{ Diacetyl} = \frac{(a-b) \cdot 2{,}152}{E}.$$

a = Verbrauch an 0,5 n KOH-Lösung im Hauptversuch (ml); b = Verbrauch an 0,5 n KOH-Lösung im Blindversuch (ml); E = Einwaage an Diacetyl in Gramm.

Die Feststellung des Titrationsendpunktes ist wegen des mehrmals erforderlichen Nachtitrierens nicht befriedigend. Auch aus diesem Grunde ist die Bestimmung in alkalischem Milieu vorzuziehen, wo ein Nachtitrieren nicht notwendig ist. Trotzdem werden bei der Bestimmung des Diacetyls in saurer Lösung nach kurzer Einarbeitung Werte erhalten, die mit den in alkalischer Lösung erhaltenen gut übereinstimmen.

Bestimmung des Diacetyls in alkalischer Lösung

Grundsätzlich wird so verfahren, daß in ein 100 ml-Meßkölbchen mit weitem Hals überschüssige 0,5 n Kalilauge und Wasserstoffperoxydlösung eingemessen werden. Zum Schluß wird aus einer Pipette die Diacetyllösung zugegeben, der Kolben sofort verschlossen und nach entsprechender Wartezeit die nicht durch Essigsäure gebundene Kalilauge mit halbnormaler Schwefelsäure zurücktitriert. Die in den Laboratorien häufig vorhandene alkoholische Kalilauge darf für die Bestimmung nicht benutzt werden. Diese je nach Alter meistens verfärbten alkoholischen Laugen reagieren merklich mit dem Wasserstoffperoxyd und verursachen Abweichungen im Ergebnis.

Die Reihenfolge des Reagentienzusatzes ist von Wichtigkeit. Läßt man die Diacetyllösung in wäßrige Kalilauge einfließen und fügt das Wasserstoffperoxyd zuletzt hinzu, so tritt Verharzung des Diacetyls durch Aldolisierung ein. Die Ergebnisse liegen zu niedrig (Tab. 2, Versuch Nr. 1). Auch bei richtiger Reihenfolge des Zusatzes kann eine teilweise Verharzung natürlich dadurch eintreten, daß die Wasserstoffperoxydmenge zur Oxydation nicht ausreicht. In solchen Fällen färbt sich das Analysengemisch braun.

Tabelle 2

	vorgelegt 0,5 n KOH ml	Anzahl Mole H_2O_2 je 1 Mol Diacetyl	Diacetyl mg	Wartezeit Minuten	Diacetyl gefunden %	Diacetyl Nickelwert %
1.	2	2,8	300	10	37,1	99,8
2.	15	2,8	300	10	99,9	99,8
3.	15	1,9	300	10	97,3	99,8
4.	15	1,4	300	10	92,5	99,8
5.	15	2,8	300	—	93,3	99,8
6.	15	5,6	300	—	99,9	99,8
7.	15	5,6	300	5	99,8	99,8
8.	15	5,6	300	20	99,9	99,8

Aus diesem Grund ist die stöchiometrische *Menge an Wasserstoffperoxyd* für eine vollkommene Oxydation nicht ausreichend. Das kommt daher, daß schon beim Zusammengeben von Lauge und Wasserstoffperoxydlösung infolge der katalytischen Wirkung der Alkaliionen Sauerstoffentwicklung und somit Verlust an oxydierendem Agens eintritt. Bei einer willkürlich gewählten Reaktionszeit von 10 min erwies sich ein 2,8facher Überschuß (= 1 ml Perhydrol) an Wasserstoffperoxyd zunächst am günstigsten (Tab. 2, Versuch 2). Bei geringeren Wasserstoffperoxydmengen war die Reaktion nach dieser Wartezeit noch nicht beendet

(Versuch 3 und 4). Durch Erhöhung der Wasserstoffperoxydkonzentration wird also die Reaktionszeit verkürzt. Titrierte man aber die entstandene Essigsäure sofort nach Zugabe des Diacetyls zur Reaktionslösung, so war auch bei 2,8fachem Überschuß an Wasserstoffperoxyd die Oxydation noch nicht beendet (Versuch Nr. 5). Verdoppelte man aber die Wasserstoffperoxydmenge (2 ml = 5,6facher Überschuß), so wurden gleich nach Zusammengeben der Reagentien richtige Ergebnisse erhalten (Versuch Nr. 6).

Bei einer Einwaage von etwa 300 mg Diacetyl wurden daher 2 ml 30%iges Wasserstoffperoxyd zur Oxydation zugesetzt, und zur Erhöhung der Sicherheit wurde eine *Wartezeit* von 5 min eingehalten. Bei dem Ablauf der Reaktion traten leichte Temperaturerhöhungen bis etwa 40°C ein. Diese geringen und kurzfristigen Temperatursteigerungen waren ohne Einfluß auf das Analysenergebnis (Versuche Nr. 7 und Nr. 8), wie auch die durchgeführten Versuche mit Essigsäure und Wasserstoffperoxyd in alkalischer Lösung erwarten ließen.

Die Menge des Diacetyls wird in erster Linie durch die Menge und Normalität der vorgelegten Kalilauge bestimmt. Es wurde für praktisch befunden, 20 ml 0,5 n Kalilauge vorzulegen und etwa 300 mg Diacetyl einzuwiegen. Die zur Rücktitration benötigte Anzahl Milliliter 0,5 n Schwefelsäure war dann für eine exakte Bestimmung noch groß genug. Bei Verwendung von 0,5 n Maßlösungen und einer Feinbürette wurden noch Diacetylmengen bis herab zu etwa 30 mg mit guter Genauigkeit bestimmt.

Vorschrift für die Bestimmung des Diacetyls in alkalischer Lösung. In ein Meßkölbchen von 100 ml Inhalt mit weitem Hals und eingeschliffenem Stopfen bringt man mit Hilfe einer Pipette 20 ml 0,5 n wäßrige Kalilauge und 2 ml etwa 30%iges Wasserstoffperoxyd, das frei von organischen Stabilisierungsmitteln sein muß. Hierauf fügt man gleichfalls aus einer Pipette 10 ml einer wäßrigen Lösung hinzu, die in 100 ml etwa 3 g Diacetyl, genau gewogen, enthält. Um jeden Verlust an Diacetyl zu vermeiden, läßt man die Lösung an der Glaswandung des Kolbens dicht über der Oberfläche der Wasserstoffperoxyd-Laugenmischung einfließen. Der Kolben wird sofort verschlossen und unter Festhalten des Stopfens leicht umgeschwenkt. Man wartet etwa 5 min und achtet darauf, daß der Stopfen nicht gelüftet werden kann. Dann werden Kolben und Stopfen sorgfältig mit dest. Wasser abgespült. Die überschüssige Kalilauge wird mit 0,5 n Schwefelsäure zurücktitriert, nachdem 4 Tropfen einer 0,1%igen alkoholischen Thymolblaulösung zugegeben wurden. Es empfiehlt sich, eine austitrierte Lösung als Vergleichslösung zu benutzen. Die Feststellung des Endpunktes ist dann leicht möglich. In einem Blindversuch werden 20 ml 0,5 n Kalilauge mit 2 ml Wasserstoffperoxydlösung und 4 Tropfen der Indicatorlösung versetzt und mit 0,5 n Schwefelsäure bis zum Farbumschlag nach Gelb titriert.

Berechnung:

$$\% \text{ Diacetyl} = \frac{(b-a) \cdot 2{,}152}{E}.$$

a = Verbrauch an 0,5 n Schwefelsäure im Hauptversuch (ml); b = Verbrauch an 0,5 n Schwefelsäure im Blindversuch (ml); E = Einwaage an Diacetyl in Gramm.

Zum Feststellen des Endpunktes beim Titrieren im alkalischen Milieu und in Gegenwart von Wasserstoffperoxyd ist Phenolphthalein ungeeignet. Der rote Farbstoff wird infolge von Oxydation gebleicht, wodurch die Gefahr des Übertitrierens gegeben ist.

Um die Brauchbarkeit der Methode auch in Gegenwart von Methyläthylketon und Äthanol zu prüfen, wurden je 3 ml beider Stoffe in getrennten Versuchen mit 20 ml wäßriger Kalilauge und 2 ml 30%iger Wasserstoffperoxydlösung 1 Std lang unter Rückfluß gekocht. Die zum Zurücktitrieren benötigte Anzahl Milliliter 0,5 n Schwefelsäure war die gleiche wie im Blindversuch. Methyläthylketon und Äthanol werden also in alkalischer Lösung durch Wasserstoffperoxyd unter den vereinbarten Versuchsbedingungen nicht merkbar angegriffen.

Die Zuverlässigkeit der Bestimmung von Diacetyl in alkalischer Lösung, sowohl für sich allein als auch im Gemisch mit Äthanol und Methyläthylketon, geht aus den in der folgenden Tabelle zusammengestellten Werten hervor. Die Analysenergebnisse stellen das Mittel aus je 3 Einzelanalysen dar. Bei den Versuchen Nr. 5 und Nr. 6 bestand das analysierte Diacetyl zu einem Drittel aus einem Gemisch gleicher Teile von Äthanol und Methyläthylketon. In Versuch Nr. 6 wurde dieses Gemisch außerdem abweichend von der Vorschrift 1 Std unter Rückfluß auf dem Wasserbad erwärmt. Die in der Diacetylspalte angeführten Werte beziehen sich auf den Prozentgehalt des verwendeten Reindiacetyls, der mittels der Nickelmethode zu 99,8% bestimmt worden war.

Tabelle 3. *Bestimmung von Diacetyl in alkalischer Lösung*

	Einwaage an Diacetyl mg	vorgelegt 0,5 n KOH ml	H_2O_2 30%ig ml	Wartezeit Minuten	Diacetyl gefunden %	Diacetyl, % Sollwert Nickelmethode
1.	301	20	2	5	99,9	99,8
2.	280	20	2	5	99,7	99,8
3.	100	20	2	5	99,7	99,8
4.	30	20	2	5	99,9	99,8
5.	200	20	2	5	99,8	99,8
6.	200	20	2	60	99,9	99,8

Wie die Ergebnisse der Tab. 3 erkennen lassen, ist die Genauigkeit der Methode befriedigend. Die Fehlerbreite, die aus den Durchschnittswerten der Tabelle nicht hervorgeht, ist etwa $\pm$ 0,3%, bezogen auf eine Diacetyleinwaage von etwa 300 mg. Diese Abweichung findet ihre Erklärung darin, daß verschiedene Beobachter bei der visuellen Endpunktsbestimmung einen Unterschied im Maßlösungsverbrauch von einem Tropfen aufweisen können.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode zur Bestimmung des Diacetyls in alkalischer Lösung mit Wasserstoffperoxyd beschrieben. Die Methode eignet sich besonders zur Analyse höherer Konzentrationen technisch dargestellten Diacetyls. Das als Verunreinigung des Diacetyls auftretende Methyläthylketon sowie das zur Herstellung von Diacetylgebrauchslösungen verwandte Äthanol beeinträchtigen die Anwendbarkeit des Verfahrens nicht. Die Genauigkeit der Methode ist zufriedenstellend. Sie besitzt vor der gravimetrischen Bestimmungsart den Vorteil eines sehr geringen Zeitaufwands und einer vereinfachten Arbeitsweise.

Fräulein K. Rudolph und Herrn H. Kaufmann sei an dieser Stelle für die gewissenhafte Durchführung der Analysen gedankt.

Literatur

[1] Bezzi, S.: Gazz. chim. ital. **63**, 345 (1933). — [2] Bunton, C. A.: Nature (London) **163**, 444 (1949). — [3] Fry, H. S., u. J. H. Payne: J. Amer. chem. Soc. **53**, 1980 (1931). — [4] Hatcher, W. H., u. G. W. Holden: Proc. Trans. Roy. Soc. Canada **20**, Sect. III., 407 (1926). — [5] van Niel, C. B.: Biochem. Z. **187**, 472 (1927). — [6] Schmalfusz, H., u. H. Rethorn: Z. Unters. Lebensmittel **70**, 233 (1935); vgl. diese Z. **106**, 315 (1936). — [7] Witzemann, E. J.: J. biol. Chemistry **107**, 475 (1934).

Dr. Fritz Wolf, Miltitz bei Leipzig, Geschwister-Scholl-Straße 23

Aus dem Institut für Tierzucht und Tierfütterung der Universität Bonn
(Direktor: Prof. Dr. H. Havermann)

Zur photometrischen Auswertung von Farbreaktionen auf Papier

Ein einfaches Verfahren zur quantitativen Aminosäurebestimmung

Von
K. H. Menke

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 10. Oktober 1959)

Bei der Aminosäuretrennung an Ionenaustauschern nach Moore u. Stein[6] fallen je Vollanalyse etwa 600—800 Fraktionen an, die einzeln analysiert werden müssen. Das von Moore u. Stein[5] beschriebene colorimetrische Verfahren erfordert dabei einen derartigen Arbeitsaufwand, daß heute vielfach schon die automatische Anfärbung des gesamten Eluates mit kontinuierlicher Messung und Registrierung vorgezogen wird[8]. Da diese Versuchsanordnung sehr kostspielig ist und überdies zusätzliche Analysen im Eluat (radiometrische bzw. qualitative Bestimmungen)

nicht mehr zuläßt, haben wir in einer früheren Arbeit[3,4] versucht, die Messung durch Zusammengießen der zu einem Gipfel gehörenden Fraktionen nach vorheriger qualitativer Prüfung zu vereinfachen. Dabei treten jedoch durch Ammoniakabsorption hervorgerufene Fehler stärker in den Vordergrund. Zudem ist die Einzelanalyse insofern überlegen, als die Meßfehler durch Addition der Einzelwerte verringert werden. Eine Vereinfachung der Einzelanalyse bringt aber solange noch keine beträchtliche Arbeitsersparnis, wie die Farbreaktion im Reagensglas durchgeführt und in der Küvette gemessen wird. Es ist daher verschiedentlich versucht worden, die Farbreaktion auf Filterpapier als Trägersubstanz ablaufen zu lassen und direkt zu messen. Dieses Verfahren müßte, neben der Arbeitsersparnis, sogar einige Vorteile bieten, da nach Schwerdtfeger[7] die Gleichmäßigkeit und Intensität der Farbausbeute bei Ninhydrinreaktionen um so größer ist, je kürzer die Aufheizzeit bis zum Erreichen des Siedepunktes gehalten werden kann. Zudem wird, wie unsere Versuche gezeigt haben, Ammoniak auf dem Papier bei p_H 3,25 kaum erfaßt, so daß diese Fehlerquelle weitgehend wegfällt. Schwierigkeiten bereitet hingegen die photometrische Auswertung wegen der Ungleichmäßigkeiten des Papiers. Korte u. Weitkamp[2] haben Absorptions- und Fluorescenzspektren an Papierchromatogrammen durch Reflexion gemessen, wobei als Blindwert die Reflexion an einer freien Randstelle herangezogen wurde.

Heinzel u. Neuhoff[1] verwandten einen papierartigen Kunststoff (Polyvinylchlorid — „Rhovyl", Fa. Schl. & Sch., Dassel), der nach Zusatz von etwas Nitrobenzol zu einer durchsichtigen, gelartigen Masse verschmilzt. Diese Methode wurde aber nur bei der Bestimmung von Eiweißen mit Amidoschwarz, nicht aber bei Aminosäuren verwandt, was wegen der Temperaturempfindlichkeit des Materials auch schwierig sein dürfte.

Im folgenden soll ein Verfahren beschrieben werden, in dem der Farbfleck auf dem Papier zunächst bei der optimalen Wellenlänge im Durchlicht gemessen wird. Zur Korrektur wird danach an der gleichen Stelle mit einer anderen Wellenlänge, die von dem gebildeten Diketo-hydrindyliden-diketohydrindamin (DYDA) kaum noch absorbiert wird, aber auf den Blindwert des Papiers reagiert, gemessen.

Methodik

Ein 30 × 30 cm großes Blatt Papier (Schl. & Sch., 2043 b) wird in Felder der Größe 15 × 15 mm eingeteilt, was zweckmäßig mit einem aus 20 Bleistiften zusammengesetzten Rechen und einem Lineal geschieht. Das auf einen Rahmen gespannte Blatt wird mit Ninhydrinreagens (0,5 g Ninhydrin, 95 ml n-Butanol, 5 ml 2 n Essigsäure) gleichmäßig besprüht und nach dem Trocknen unter einen über dem Tisch angebrachten Ventilator (z. B. Astron-Heizlüfter) gelegt, dessen Luftstrom durch einen düsenförmigen Aufsatz mit einer Öffnung von 3 cm Breite und 25 cm

Länge auf eine Reihe des Blattes gerichtet ist. Die zu analysierende Aminosäurelösung wird dann mit einer eichfähigen Pipette aufgetragen, indem man die Pipettenspitze 3—4 mm tief in die Flüssigkeit taucht und die eingesogene Menge, etwa 0,010—0,015 ml, vorsichtig in das vorgesehene Feld bläst. Die gleichzeitig aufströmende Kaltluft bewirkt ein schnelles Eintrocknen der Flecke. Man kann auch Warmluft (75°C) benutzen, muß dann aber wegen der sofort einsetzenden Ninhydrinreaktion größere Ungenauigkeiten in Kauf nehmen. Nach dem Auftragen der Aminosäurelösung wird ein zweites Mal mit Ninhydrinlösung besprüht und das Blatt 15 min in einen auf 100°C erhitzten Trockenschrank mit Luftumwälzung, ohne weitere Beheizung, gebracht. Die Farbausbeute ist nach zweimaligem Besprühen, vor und nach dem Auftragen, wesentlich größer als nach einmaligem Besprühen, was darauf hindeutet, daß beim Auftragen der Aminosäure Verluste eintreten, die beim nachherigen Besprühen nicht mehr erfaßt werden, durch vorheriges Besprühen aber vermieden werden können.

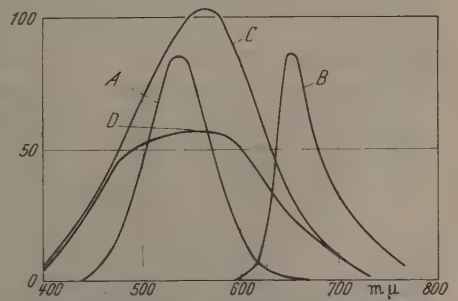

Abb. 1. Optische Durchlässigkeit. *A* des Grünfilters; *B* des Rotfilters; *C* des Papiers, ohne Aminosäure; *D* des Papiers mit 50 μg/ml Leucin

Für die photometrische Auswertung der Farbflecke ist schon ein einfaches Chromatometer (Schwärzungsmesser) mit Multiflexgalvanometer

Tabelle 1. *Optische Durchlässigkeit (Skalenteile), gemessen mit Grünfilter (530 mμ) bzw. Rotfilter (630 mμ), sowie die errechneten Differenzen der Meßwerte (jeweils 9 Parallelen)*

0 μg/ml									
630 mμ	100,0	95,4	95,8	97,3	98,2	95,5	96,0	96,8	98,7
530 mμ	100,0	95,5	95,8	97,3	98,2	95,5	95,8	96,4	98,4
Diff.	0,0	−0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2	0,4	0,3
5 μg Leucin/ml									
630 mμ	101,0	100,0	102,5	101,5	100,2	102,0	99,7	98,8	99,1
530 mμ	90,5	89,5	92,9	92,1	90,5	92,3	89,2	88,7	89,3
Diff.	10,5	10,5	9,6	9,4	9,7	9,7	9,6	10,1	9,8
30 μg Leucin/ml									
630 mμ	96,4	96,2	97,4	95,2	95,8	93,3	95,8	95,8	94,2
530 mμ	62,5	62,7	62,7	62,3	61,2	59,2	62,7	62,8	60,2
Diff.	33,9	33,5	34,7	32,9	34,6	34,1	33,1	33,0	34,0
50 μg Leucin/ml									
630 mμ	90,2	88,0	91,4	89,3	90,2	85,7	92,1	86,5	90,7
530 mμ	46,4	43,7	47,5	45,8	46,2	41,7	49,0	42,8	46,9
Diff.	43,8	44,3	43,9	43,5	44,0	44,0	43,1	43,7	43,8

(Fa. Lange, Berlin) geeignet. Je eine Reihe mit 11 Farbflecken (10 Analysen und eine 30 μg Leucin/ml enthaltende Kontrolle) wird, zusammen mit einem keine Aminosäure enthaltenden Feld als Blindwert, zwischen

2 Glasplatten gespannt und mit einem Grünfilter (530 mμ, Spaltbreite 2 × 4 mm) photometriert. Wegen der Ungleichmäßigkeiten im Papier ist die Genauigkeit dieser Messung nicht sehr groß. 100 μg Leucin/ml wurden in 150 Analysen mit einer Standardabweichung von ± 5 μg gemessen. Bei geringeren Konzentrationen ist der prozentuale Fehler noch erheblich größer. Mißt man den gleichen Streifen jedoch ein zweites Mal mit einem Rotfilter (630 mμ), so wird der DYDA-Farbkomplex kaum noch erfaßt (Abb. 1), während die Schwankungen im Papier in der gleichen Stärke wiederkehren. Die Korrektur wird am einfachsten durch Subtraktion der mit dem Grünfilter gemessenen Skalenteile von den mit dem Rotfilter gemessenen durchgeführt. Man erhält so sehr gleichmäßige Werte (Tab. 1), die das Aufstellen einer Eichkurve (Abb. 2) erlauben.

Diskussion

Die Nachweisempfindlichkeit liegt bei 0,2 μg Leucin/ml, das sind etwa 0,002 μg Leucin insgesamt. Die Standardabweichung bei 150 Analysen einer 30 μg Leucin/ml enthaltenden Lösung wurde mit ± 0,83 μg (das sind 2,74%) ermittelt. Darin ist der durch die unterschiedliche Lage der Flecke auf dem Papier verursachte Fehler eingeschlossen. Im Mittel beträgt die Standardabweichung im Bereich von 5—60 μg Leucin/ml ± 3%. Bei höheren Konzentrationen bringt die Differenzmessung keine Vorteile gegenüber der einfachen Messung ohne Korrektur. Der Standardfehler für den Bereich von 80—200 μg Leucin/ml, gemessen bei 530 mμ, liegt bei 5—6%. Im Bereich von 60—90 μg/ml empfiehlt es sich, beide Berechnungen durchzuführen und auszumitteln. Für die Genauigkeit der Differenzmessung entscheidend ist, daß beide Messungen an genau der gleichen Stelle durchgeführt werden, da der Blindwert des Papiers schon durch Verschieben um 0,1 mm verändert werden kann.

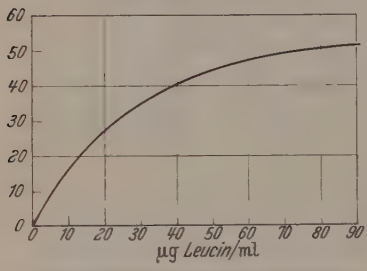

Abb. 2. Eichkurve. Ordinate: Differenz der mit Rot- bzw. Grünfilter erhaltenen Meßwerte

Die Gewichtsmenge Aminosäure ergibt sich durch Multiplikation der in der Leucin-Eichkurve (Abb. 2) gefundenen Werte mit den in Tab. 2 angegebenen Faktoren, die die Farbausbeute und das Molekulargewichtsverhältnis berücksichtigen. Da diese Faktoren vom p_H-Wert der Lösung abhängen, in der die Aminosäuren aufgetragen werden, sind sie in den Puffern bestimmt worden, in denen sie nach der Trennung an Ionenaustauschern nach Moore u. Stein[6] vorliegen.

Die Farbausbeute der einzelnen Aminosäuren reagiert überdies unterschiedlich auf Veränderungen der Erhitzungstemperatur und -dauer

sowie der Zeit zwischen Reaktion und Messung, so daß es ratsam ist, diese Faktoren unter den jeweiligen Versuchsbedingungen nachzuprüfen. Abweichungen in der Farbausbeute des Leucins von der Eichkurve können mit Hilfe der Kontrollwerte in den Analysenreihen korrigiert werden.

Tabelle 2. *Faktoren für die Farbausbeute von Aminosäuren in 0,2 m Citratpuffer von p_H 3,25; 4,25 bzw. 5,28*
(Leucin in p_H 3,25 = 1,00)

p_H	3,25		3,25		4,25		5,28
Cysteinsre.	2,01	Glut.sre.	1,12	Meth.	1,11	Tryp.	1,54
Taurin	3,17	Glycin	1,00	Isoleu.	0,92	Hist.	2,87
Asparag.sre.	1,84	Alanin	0,75	Leucin	0,92	Lysin	1,33
Threonin	1,12	Cystin	1,90	Tyrosin	1,89	Argin.	1,84
Serin	0,94	Valin	0,97	Phen.	1,76		

Das Verfahren ist in erster Linie für Serienanalysen, wie z.B. für die quantitative Aminosäurebestimmung nach der Trennung an Ionenaustauschern[6] geeignet. Da ein Aminosäuregipfel in der Regel aus 10 oder mehr Fraktionen besteht, die einzeln analysiert werden, reduziert sich der Fehler für die Gesamtbestimmung von $\pm$ 3% auf $\pm$ 2,5—2,0%. Der Arbeitszeitbedarf für 150 Analysen beträgt 4 Std. Gegenüber der Anfärbung im Reagensglas zeichnet sich das Verfahren überdies durch den Vorteil aus, daß durch Ammoniakabsorption hervorgerufene Fehler kaum noch in Erscheinung treten, da die Nachweisempfindlichkeit für NH_4OH auf dem Papier (in 0,2 m Citratpuffer vom p_H 3,25) bei 1,7 mMol/ml, die für Leucin aber bei 0,002 mMol/ml liegt. Wegen des geringen Substanzverbrauchs können neben der quantitativen Aminosäurebestimmung auch noch andere Analysen durchgeführt werden, z.B. radiochemische Messungen oder qualitative papierchromatographische Untersuchungen. Darüber hinaus dürfte dieses Meßprinzip auch in der Papierchromatographie Verwendung finden.

Zusammenfassung

Die bei der photometrischen Auswertung von Farbflecken störende Ungleichmäßigkeit des Papiers kann durch eine zweite Messung bei einer Wellenlänge, die den Farbkomplex nicht mehr erfaßt, aber die Durchlässigkeit des Papiers wiedergibt, weitgehend eliminiert werden. Leucin wird so mit einer Empfindlichkeit von 0,2 μg/ml oder 0,002 μg insgesamt nachgewiesen. Die Standardabweichung für Messungen im Bereich von 5—60 μg Leucin/ml beträgt $\pm$ 3%. Das Verfahren ist besonders geeignet zur quantitativen Aminosäurebestimmung nach säulenchromatographischer Trennung.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die bereitwillige Unterstützung.

Literatur

[1] Heinzel, W., u. V. Neuhoff: Naturwissenschaften **46**, 146 (1959). — [2] Korte, F., u. H. Weitkamp: Angew. Chem. **70**, 434 (1958). — [3] Menke, K. H.: Naturwissenschaften **44**, 10 (1957); vgl. diese Z. **158**, 151 (1957). — [4] Menke, K. H., u. B. Siemermann: Z. Tierernähr. Futtermittelkunde **12**, 117 (1957); vgl. diese Z. **162**, 395 (1958). — [5] Moore, S., u. W. H. Stein: J. biol. Chemistry **176**, 367 (1948). — [6] Moore, S., u. W. H. Stein: J. biol. Chemistry **211**, 893 (1954); vgl. diese Z. **151**, 73 (1956). — [7] Schwerdtfeger, E.: Angew. Chem. **70**, 188 (1958); vgl. diese Z. **167**, 227 (1959). — [8] Spackman, D. H., W. H. Stein u. S. Moore: Analyt. Chemistry **30**, 1190 (1958); vgl. diese Z. **167**, 224 (1959).

Dr. K. H. Menke, Institut f. Tierzucht u. Tierfütterung d. Universität, Bonn, Endenicher Allee 15

Chemistry Department, Agra College, Agra (India)

Quantitative Estimations of Ferric Iron by Phosphoric Acid in Aqueous-Alcoholic Medium

By

Tara Chandra Gupta and Abani K. Bhattacharya

(Received October 12, 1959)

Although redox titrations against $KMnO_4$ in the presence of HCl are not suitable, this method has been adopted in the analysis of iron ores in industries by employing the preventive solution (Reinhardt-Zimmermann reagent). The importance of the use of HCl lies in the fact that the ores are more easily dissolved in it than in H_2SO_4. By adding the preventive solution, which is a mixture of H_2SO_4, H_3PO_4 and $MnSO_4$, oxidation of chloride ion seems to be arrested to such an extent that fairly satisfactory results are obtained for industrial purposes. In a previous communication[2] we have investigated the redox equilibrium in $KMnO_4$—H_2SO_4 and $KMnO_4$—HCl systems. It was observed that by adding the Reinhardt-Zimmermann reagent to the system, $KMnO_4$—HCl, the redox-potential of MnO_4^-/Mn^{2+} becomes stable which is not the case in the absence of this reagent. This may be ascribed as one of the reasons from the electrochemical aspect for the successful titration of $KMnO_4$ and ferrous solution in the presence of HCl. The formation of a colourless complex between ferric chloride and phosphoric acid has also been suggested as being responsible for the sharp end point in the presence of Reinhardt-Zimmermann reagent. L. Dede[1] observed that fairly insoluble precipitates of ferric phosphato-complexes (trichlorophosphatoferric acid and diphosphatoferric acid) are formed by mixing concentrated solutions of ferric chloride and phosphoric acid. We observed that

the solubility of these complexes was much reduced by adding a non-aqueous solvent, ethyl alcohol or acetone. This property has been availed of to find out a method of estimating ferric iron directly against standard solutions of phosphoric acid in aqueous-nonaqueous medium using $K_4Fe(CN)_6$ and Cupferron as external indicators. A slight discrepancy at the end point, however, exists which can be removed by applying a correction factor. The detailed observations are being communicated through this paper.

Experimental

$FeCl_3$ solution was standardised as Fe_2O_3 and also volumetrically (against $KMnO_4$ solution using Reinhardt-Zimmermann reagent). Phosphoric acid was standardised gravimetrically as manganese pyrophosphate and also by titrating it against standard NaOH solution using thymol blue as indicator. Cupferron (0.5 ml of its 5% aqueous solution per test) was used as an indicator. $K_4Fe(CN)_6$ (0.3 ml of its saturated solution per test) was also used as another indicator to compare the results of titrations.

Table. *10 ml of 0,10 M phosphoric acid + 10 ml of ethyl alcohol per titration were used*

Strength of $FeCl_3$ M	Volume of $FeCl_3$ soln. required theoretically ml	Volume of $FeCl_3$ soln. at the end point ml	Percentage of error	
			$K_4Fe(CN)_6$ used %	Cupferron used %
0.2	5	4.8	4	4
0.133	7.5	7.2	4	4
0.1	10	9.5	4	4
0.066	15	14.5	4	4

Discussion

In the table of titrated results it will be seen that there is an error of 4% (low) in the titrated values of $FeCl_3$ solutions in the concentration range of 0.2 M to 0.066 M against 0.1 M phosphoric acid. The end point with Cupferron is slightly more sharp than with $K_4Fe(CN)_6$ used as an external indicator. The correction factor calculated from the observed readings comes out to be 1.04 with which, if the observed volume of $FeCl_3$ solution is multiplied, the error falls within $\pm$ 0.5%. This has been tried with unknown solutions of $FeCl_3$ and the results were satisfactory.

Summary

The only method recommended for the direct estimation of ferric iron in presence of HCl is to reduce the ferric iron to ferrous iron and then to titrate against $KMnO_4$ solution by adding Reinhardt-Zimmermann reagent ($MnSO_4 + H_2SO_4 + H_3PO_4$). The solubility of the phosphato complexes of ferric chloride and phosphoric acid is much reduced by adding a nonaqueous solvent, ethyl alcohol or acetone. This property has been availed of to find out a method of estimating ferric iron directly against standard solution of phosphoric acid in aqueous-nonaqueous

medium using $K_4Fe(CN)_6$ or cupferron as external indicators. A slight discrepancy at the end point, however, exists in the direct titration but it can be removed by applying a correction factor determined from the estimated results.

References

[1] Dede, L.: Z. anorg. allg. Chem. **125**, 28 (1922). — [2] Gupta, T. C., and A. K. Bhattacharya: J. Indian chem. Soc. **36**, 399 (1959).

Prof. Dr. A. K. Bhattacharya, Head of the Chemistry Department, Agra College, Agra (India)

Phys. chem. Abt., Pharmazeutisches Department
der Sandoz AG., Basel 13

Quantitative, spektrophotometrische Bestimmung von Apoatropin neben Atropin

Von
L. Mathies und H. G. Leemann

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 13. Oktober 1959)

Die Bildung von Apoatropin aus Atropin oder aus Hyoscyamin kann auf chemischem Weg mit Hilfe von wasserabspaltenden Mitteln, wie beispielsweise Acetanhydrid, erfolgen. Überdies kann die Apoverbindung beim Aufarbeiten von Atropa Belladonnadrogen beim Erwärmen entstehen, oder sie kann sich beim Lagern von Atropinpräparaten im Laufe der Zeit zu kleinen Teilen bilden. Ebenso entsteht sie zu etwa 5—7% bei der alkalischen Racemisierung von (—)-Hyoscyamin zu Atropin.

Die neuere Literatur enthält verschiedene Angaben über den Nachweis und die qualitative Bestimmung von Apoatropin. Die englische Pharmacopoe[1] gibt für den Nachweis von Apoatropin das Bestehen einer Restfärbung einer salzsauren, mit Kaliumpermanganat versetzten Alkaloidlösung an, während die holländische Pharmacopoe[2] sich des Auftretens einer Trübung in ammoniakalischer Lösung und dem Verschwinden derselben nach Zugabe eines Tropfens Wasser bedient. Eine kritische Gegenüberstellung dieser und weiterer Nachweisreaktionen finden sich in einer Arbeit von Rosenblum u. Taylor[3].

Da die spasmolytisch unwirksame Apoverbindung etwa 10 mal toxischer ist, als die genuinen Alkaloide sind und jene zudem krampferzeugend wirkt, erschien es uns wünschenswert, nach einer einfachen raschen und quantitativen Bestimmungsmethode von Apoatropin zu suchen. Diese hat sich mittels der UV-Spektralanalyse ergeben.

Für die vorliegende Arbeit wurde die Reinheit der zur Erstellung der Eichkurven verwendeten Alkaloide vorgängig papierchromatographisch geprüft.

Abb. 1 zeigt die UV-Absorptionskurven von Atropinsulfat (*A*) und Apoatropinsulfat (*B*). Ein Vergleich des spektrophotometrischen Verhaltens einer großen Zahl von künstlich hergestellten Mischungen aus den Reinsubstanzkomponenten hat gezeigt, daß die Extinktionshöhe bei der Wellenlänge von 244 mμ direkt abhängig ist vom Prozentgehalt an Apoatropin in der Mischung.

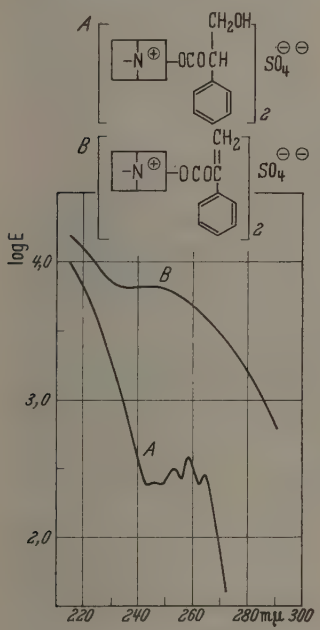

Abb. 1

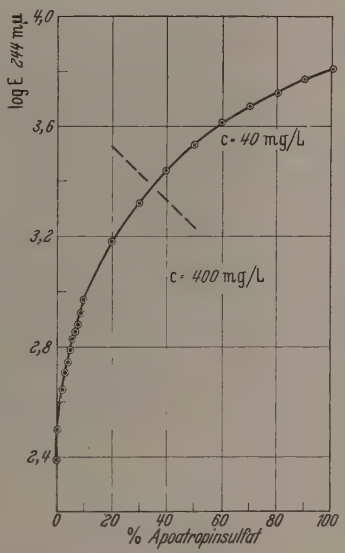

Abb. 2

Abb. 1. UV-Absorptionskurven von Atropinsulfat (*A*) und Apoatropinsulfat (*B*) in Wasser
Abb. 2. Quantitative Bestimmung von Apoatropinsulfat neben Atropinsulfat in Wasser. (MG: 676,8)

Abb. 2 gibt die Kurve wieder, die beim Aufzeichnen von log *E* (244 mμ) der Meßlösung als Ordinate und des Prozentgehaltes an Apoatropinsulfat als Abszisse erhalten wird.

Es ist daraus ersichtlich, daß die Meßgenauigkeit gerade bei kleinen Konzentrationen an Apoatropin (zwischen 1 und 10%), wie sie bei einer unbeabsichtigten Wasserabspaltung an Atropin erhalten werden, etwa $\pm$ 0,5% beträgt.

Die Tabelle enthält die Mittelwerte von log *E* (244 mμ), die aus 5 Konzentrationsreihen erhalten wurden, in Gegenüberstellung zu der

prozentualen Zusammensetzung der Meßlösung, wobei allen spektrophotometrischen Messungen ein Molekulargewicht von 676,8 zugrunde liegt.

Tabelle

Apoatropinsulfat %	log E (λ=244 mμ)	$E^{1\%}_{1\,cm}$ (λ=244 mμ)	Apoatropinsulfat %	log E (λ=244 mμ)	$E^{1\%}_{1\,cm}$ (λ=244 mμ)
0	2,39	3,3	10	2,97	13,4
1	2,50	4,5	20	3,18	21,4
2	2,64	6,2	30	3,32	31,5
3	2,70	7,1	40	3,44	40,0
4	2,74	7,6	50	3,53	48,8
5	2,79	8,7	60	3,61	57,0
6	2,83	9,1	70	3,67	67,8
7	2,85	9,7	80	3,72	76,5
8	2,88	11,0	90	3,77	84,0
9	2,92	12,2	100	3,81	100,0

Die UV-Spektren und Eichkurven wurden auf einem selbstregistrierenden Spektrophotometer, Beckman Mod. DK-2, mit doppelt logarithmischem Potentiometer[4] aufgenommen, die Extinktionshöhe wurde bei 244 mμ auf einem Beckman Mod. DU nachkontrolliert.

Literatur

[1] British Pharmacopoeia 1958, S. 63. — [2] Holländische Pharmacopoe 1958, S. 143. — [3] Leemann, H. G., u. M. Kohler: Helv. chim. Acta **41**, 1769 (1958). — [4] Rosenblum, E. I., u. W. S. Taylor: J. Pharmacy Pharmacol. **7**, 1067 (1955); s. a. Kuhn, A., u. G. Schäfer: Dtsch. Apotheker-Ztg. **53**, 405 (1938); Stout, H.: Pharmac. J. **146**, 76 (1941).

Dr. H. G. Leemann, Phys. chem. Abt. des pharmazeutischen Departments Sandoz AG., Basel 13, Schweiz

---

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

III. Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Über die maßanalytische Bestimmung von Hydroxylgruppen mit *Lithium-aluminium-di-n-butylamid* berichtet L. A. Small[1]. Das von T. Higuchi, J. Concha und R. Kuramato[2] vorgeschlagene Verfahren liefert bei der Untersuchung von Äthanolaminen ungenaue Werte. Benutzt man eine 0,25 n Reagenslösung in Dimethoxyäthan und führt die Titration in einem abgeschlossenen System unter Stickstoff durch, so erhält man reproduzierbare Resultate. — *Ausführung.* Mehr als 300 ml Dimethoxyäthan werden in einer Vollglasapparatur von einem geringen Überschuß Lithium-Aluminiumhydrid abdestilliert, wobei durch ein Trockenrohr der Luftfeuchtigkeitszutritt zum Destillat verhindert werden muß. 300 ml Destillat werden mit 1,0 g Lithium-Aluminiumhydrid versetzt und 20 min am Rückflußkühler

gekocht. Nach Zusatz von 20 ml Di-n-butylamin wird 10 min am Rückflußkühler gekocht. Die Lösung wird nach dem Abkühlen durch Glaswolle in den Vorratsbehälter der Bürette filtriert, wobei der Luftsauerstoff durch Stickstoff zu verdrängen ist. In das Titrationsgefäß werden 200 ml über Li-Al-Hydrid destilliertes Tetrahydrofuran vorgelegt. Unter magnetischem Rühren wird nach Zusatz einiger Tropfen Indicatorlösung (0,1%ige Lösung von 4-Phenylazodiphenylamin in Benzol) bis zum Umschlag von Gelb nach Rot titriert. Dann wird die Probe eingebracht und abermals bis zum Umschlag titriert. Die Maßlösung wird mit Butylalkohol standardisiert und ist unter Stickstoff etwa 2 Wochen haltbar. Beleganalysen zeigen die Brauchbarkeit des Verfahrens. Mindestens 12 Bestimmungen können nacheinander in demselben Tetrahydrofuran ausgeführt werden. — Zu beachten ist, daß keine Gummistopfen am Bürettensystem verwendet werden, sondern Kunststoffstopfen (Teflon).

[1] Analyst **84**, 117—119 (1959). Arnold, Hoffman & Co INC. Providence, Rhode Island (USA). — [2] Analyt. Chemistry **24**, 685 (1952); vgl. diese Z. **143**, 199 (1954).
H. Zimmer

Über die maßanalytische Oxydation einiger organischer Verbindungen mit Vanadin(V)-salzlösung berichten D. M. West und D. A. Skoog[1]. *α-Hydroxysäuren* liefern bei der Oxydation in stöchiometrischer Reaktion unter CO_2-Abspaltung die entsprechenden um 1 C-Atom ärmeren Carbonsäuren. *Äthylenglykol, Glycerin* und *Propandiol-1,3* werden zu Ameisensäure oxydiert. Die Oxydation von Malonsäure und Propandiol-1,2 gelingt nicht in stöchiometrischen Verhältnissen. — *Arbeitsweise zur Oxydation von Milchsäure.* 10 ml ~ 0,3 n Vanadium(V)-salzlösung (siehe unten) werden vorsichtig mit 10 ml konz. Schwefelsäure angesäuert, auf Zimmertemperatur abgekühlt und mit 10 ml wäßriger Probelösung (mit 17—70 mg Milchsäure) versetzt. Man erhitzt 10 min auf einem siedenden Wasserbad, verdünnt mit 100 ml Wasser und kühlt wieder auf Zimmertemperatur ab. Nach Zugabe von 15 ml Schwefelsäure und 3—5 Tr. N-Phenylanthranilsäure (siehe unten) titriert man das überschüssige Vanadium(V) mit ~ 0,12 n Eisen(II)-ammoniumsulfatlösung (mit 10% Schwefelsäure) zurück (Farbumschlag von Violett nach Grün). — *Vanadium(V)-salzlösung.* 33 g Ammoniummetavanadat werden in 900 ml Wasser und 100 ml konz. Schwefelsäure gelöst und durch einen Glasfiltertiegel filtriert. — *N-Phenylanthranilsäure.* 0,213 g werden in 30 ml 5%iger Natriumcarbonatlösung gelöst und zu 150 ml mit Wasser verdünnt.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 583—586 (1959). Univ. Stanford, Calif. (USA).
H. Garschagen

Zur Trennung von C_2—C_5-Kohlenwasserstoffen durch Gas-Flüssigkeits-Verteilungschromatographie teilen N. M. Turkel'taub, B. I. Anvaer, A. I. Koljubjakina und M. S. Selenkina[1] mit, daß für jedes Lösungsmittel, das als unbewegliche Phase genommen wird, und für jeden Sorbensträger ein optimales Verhältnis zwischen Lösungsmittel und Träger besteht, bei dem die beste Trennung des Gemisches erreicht wird. Eine vollständige Trennung aller Isomere von C_4- und C_5-KW-Stoffen kann auch bei den optimalen Bedingungen nicht erreicht werden. Als Lösungsmittel wurden Vaselinöl, Triisobutylen, α-Methylnaphthalin, Dibutylphthalat, Nitrobenzol, Triäthanolamin und Dimethylformamid untersucht. Bei Verwendung von *Lösungsmittelgemischen,* 1%iger Lösung von Vaselinöl in Dimethylformamid und Verwendung von Ziegelsteinstücken als Sorbensträger sowie mit 6,5%iger Lösung von Triisobutylen in Dimethylformamid und Diatomitträger gelingt auch eine vollständige Trennung der C_4- und C_5-Isomere.

[1] Zavodskaja Laborat. **25**, 149—154 (1959) [Russisch]. Allunions-Wiss. Inst. f. Geolog. Erdölforsch.
K. Hertzog

Die Bestimmung der Doppelbindungsverteilung in Polybutadienen gelingt nach R. S. Silas, J. Yates und V. Thornton[1] durch IR-Spektroskopie. Zur Charakterisierung und quantitativen Bestimmung geeignet sind Absorptionsbanden bei 13,5 mμ (cis-1,4-Polymeres), 10,3 mμ (trans-1,4-Polymeres) und 11,0 mμ [1,2-(vinyl)-Polymeres].

[1] Analyt. Chemistry **31**, 529—532 (1959). Phillips Petroleum Co., Bartlesville Okla. (USA). H. Garschagen

Die Trennbedingungen zur Papierelektrophorese und Papierchromatographie von Phosphorsäureestern und organischen Säuren, die schon in einer früheren Arbeit[1] beschrieben worden sind, werden von V. C. Runeckles und G. Krotkov[2] verbessert. Zur Elektrophorese verwendet man eine wäßrige Pufferlösung mit 2,5% Pyridin und 0,25% Eisessig bei einer angelegten Spannung von 800 V (20 V/cm), Zeitdauer $3^1/_2$ Std. Bei der anschließend in zweiter Dimension vorgenommenen Papierchromatographie hat sich ebenfalls ein modifiziertes Fließmittel besser bewährt: Äthylenglykolmonomethyläther-Pyridin-Eisessig-Wasser (8:4:1:1) mit 0,15% (w/v) 8-Hydroxychinolin.

[1] Runeckles, V. C., u. G. Krotkov: Arch. Biochem. Biophysics **70**, 442 (1957); vgl. diese Z. **166**, 459 (1959). — [2] Arch. Biochem. Biophysics **80**, 94—96 (1959). Queen's Univ. Kingston, Ontario (Canada). H. Garschagen

Zur Bestimmung von kleinen Mengen Triisooctylamin in wäßriger Lösung eignet sich nach A. W. Ashbrook[1] die Ausbildung eines mit Kobalt(II)-rhodanid entstehenden Farbkomplexes, der mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert und photometriert werden kann. Störungen durch Eisen werden durch Zusatz von Phosphat ausgeschaltet. Bis zu 5 mg Amin können mit einer durchschnittlichen Abweichung von $\pm 0{,}00012\%$ bestimmt werden. — *Arbeitsweise.* Eine geeignete Menge der schwach schwefelsauren Probelösung wird in einem 125 ml-Scheidetrichter mit einer ausreichenden Menge Natriumdihydrogenphosphat versetzt und kräftig geschüttelt. Nach Zugabe von 20 ml Reagenslösung (10 g Kobaltnitrat und 10 g Natriumrhodanid in 100 ml Wasser) wird 1 min geschüttelt, 2 min stehen gelassen und mit 10 ml Tetrachlorkohlenstoff 1 min geschüttelt. Nach der Phasentrennung wird die organische Schicht durch ein trockenes Filter filtriert und in einer 1 cm-Küvette bei 620 mμ gegen Tetrachlorkohlenstoff photometriert. — Zur *Aufstellung der Eichkurve* werden steigende Mengen (bis 10 ml) einer Stammlösung, welche 0,500 g Triisooctylamin in 1000 ml Methanol enthält, im Scheidetrichter mit 10 ml 2,5 vol-%iger Schwefelsäure versetzt und zu 80 ml verdünnt. Nach Zugabe von 20 ml Reagenslösung verfährt man weiter wie bei der Probe.

[1] Analyst **84**, 177—179 (1959). Eldorado Mining and Refining Ltd., Ottawa, Ontario (Canada). H. Garschagen

Über die Analyse von hochmolekularen quarternären Ammoniumchloriden berichten M. Babcock, D. E. Terry und A. J. Milun[1]. Es werden für den Routinebetrieb geeignete einfache Methoden zur Bestimmung des quarternären Salzes sowie der Verunreinigungen (freies Amin, Aminhydrochlorid, freies Alkali und Natriumchlorid) beschrieben. — *Arbeitsweise. Aminhydrochlorid bzw. freies Alkali.* 1—2 g Probe werden, gegebenenfalls unter Erwärmen, in 50 ml Äthanol-Toluol (siehe unten) gelöst. Nach Zugabe von 10 ml Wasser wird kräftig gemischt und mit 5—7 Tr. 1%iger äthanolischer Phenolphthaleinlösung versetzt. Bleibt die Lösung farblos, so ist *Aminhydrochlorid* zugegen und man titriert mit 0,05 n Natronlauge bis zum Umschlag nach Rosa. Im anderen Fall wird das *freie Alkali* mit 0,05 n Salzsäure titriert. — *Freies Amin.* Man löst 2 g Probe in 50 ml Äthanol, unter

Umständen unter Zugabe von 15 ml Toluol, gibt 1 ml 0,1%iger wäßriger Bromkresolgrünlösung zu und titriert mit 0,2 n Salzsäure bis zum Verschwinden der grünen Farbe. — *Natriumchlorid. A. Bei Abwesenheit von freiem Alkali.* 1—2 g Probe werden vorsichtig im Porzellantiegel verascht, der Rückstand wird mit 5—10 ml Wasser 10 min auf einem Dampfbad erhitzt. Nach Umspülen in einen Erlenmeyer-Kolben laugt man den Tiegel nochmal in der gleichen Weise aus und titriert die vereinigten Lösungen nach Zugabe von 5 Tr. Dichlorfluoresceinlösung (0,1%ig in 70%igem Äthanol) mit 0,1 n Silbernitratlösung bis zum Auftreten einer roten Farbe. *B. Bei Anwesenheit von freiem Alkali* löst man 1—2 g im Porzellantiegel in 10 ml Isopropanol (Dampfbad) und säuert die Lösung mit der 1,5fachen Menge 0,05 n Salzsäure an, welche zur Neutralisation des freien Alkalis benötigt wurde. Nach anfänglich vorsichtigem Erwärmen des Tiegels wird verascht und wie unter A. weitergearbeitet. Die zugesetzte Salzsäure wird bei der Berechnung des Natriumchlorids in Abzug gebracht. — *Quarternäres Ammoniumchlorid.* 1 g Probe wird in der Wärme in 50 ml Isopropanol gelöst und mit 10 Tr. Dichlorfluoresceinlösung versetzt. Wenn bei Gegenwart größerer Mengen Aminhydrochlorid keine Fluorescenz auftritt, gibt man tropfenweise ~ 1 n Natriumacetatlösung zu, bis die Lösung zu fluorescieren beginnt. Bei Gegenwart von freiem Alkali versetzt man zunächst mit ~ 1 n Salpetersäure bis zur Entfärbung des Indicators und gibt dann Natriumacetat hinzu. Anschließend wird mit 0,1 n Silbernitratlösung titriert. Bei der Berechnung des Gehaltes an quarternärem Salz muß der Gehalt an Natriumchlorid und Aminchlorid berücksichtigt werden. — Die mittleren Abweichungen betragen 0,2% für freies Amin und Aminhydrochlorid, 0,015% für Natriumchlorid und 0,6% für quarternäres Ammoniumchlorid. — *Äthanol-Toluol.* Äthanol wird zum Sieden erhitzt und nach dem Abkühlen mit dem gleichen Volumen Toluol versetzt. Vor Gebrauch titriert man bis zur schwachen Rosafärbung von Phenolphthalein.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **36**, 93—94 (1959). General Mills Inc., Minneapolis, Minn. (USA). H. Garschagen

Fettsäuren. G. Raupp[1] berichtet über die vorteilhafte *Trennungsmöglichkeit von Fettsäuren (bis einschließlich Capronsäure)* mit Hilfe von Di-octyl-sebacinat als stationärer Phase, dem 15 Gew.-% Sebacinsäure zugesetzt sind. Es entstehen hierbei nahezu symmetrische Banden, nur bei Ameisen- und Essigsäure bleibt eine geringe Unsymmetrie durch Adsorption erhalten. Die Trennung dieser beiden Säuren wird mit zunehmendem Gehalt an Sebacinsäure besser, die Trennung der Croton-/n-Valeriansäure verschlechtert sich dabei etwas. Das Optimum liegt etwa bei 15% Zusatz Sebacinsäure. Die maximale Arbeitstemperatur beträgt etwa 175° C. Die relativen Rückhaltevolumina für gesättigte und ungesättigte Fettsäuren C_1—C_5 sind angegeben. — *Arbeitsbedingungen.* Die Säulenlänge betrug 2 m, als Trägermaterial diente Celite 545, 60—100 mesh. Die Strömungsgeschwindigkeit des Heliums lag bei 50 ml/min. Die Messungen wurden mit dem Fraktometer Type 116 (Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co. GmbH.) ausgeführt.

[1] Angew. Chem. **71**, 284—285 (1959). Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co. GmbH., Überlingen/Bodensee. D. Jentzsch

Eine neue verbesserte Methode zur papierchromatographischen Trennung von 23 verschiedenen halogenierten Säuren beschreiben C. Rappe und N. Hellström[1]. Zur Entwicklung wurde eine wäßrige Mischung aus Cyclohexan, Benzol und Essigsäure verwendet. Aus den gemessenen R_f-Werten wurden die R_m-Werte ($R_m = \log[1 - R_f]/R_f$) berechnet und die Meßergebnisse bezüglich Homologie, Isomerie, Art und Zahl der Halogenatome ausgewertet. — *Arbeitsweise. Herstellung des Laufmittels.* 60 ml Benzol und 30 ml Cyclohexan wurden mit Wasser geschüttelt bis die organische Schicht mit Wasser gesättigt war. Der Überschuß an Wasser

wurde abgetrennt, das Flüssigkeitsgemisch filtriert und dazu 10 ml Essigsäure gegeben. — *Verfahren.* Es wurde mit Whatman-Papier Nr. 1 gearbeitet. 2 · 0,004 ml einer 1%igen Ätherlösung der Substanzen (etwa 50 μg) wurden für ein Chromatogramm verwendet. Der Boden der Kammer war mit Wasser bedeckt, eine Wartezeit zur Gleichgewichtseinstellung war jedoch unnötig. Während 2 Std wanderte die Lösungsmittelfront 20—22 cm. Nach dem Trocknen an der Luft innerhalb einiger Stunden wurde mit 0,04%iger äthanolischer Lösung von Bromphenolblau oder Bromkresolgrün besprüht. Die entwickelten Flecken waren im allgemeinen rund.

[1] Ark. Kemi **13**, 485—490 (1959). Royal Agricult. College, Uppsala (Schweden). D. Jentzsch

Über das Verhalten von 20 sauren organischen Verbindungen (*Aromaten, Heterocyclen* und deren Abkömmlingen) an starkbasischen Austauschern (Amberlite IRA400, Dowex-1) in nichtwäßrigen Medien berichten R. N. Shelley und C. J. Umberger[1]. Durch anschließende UV-spektrophotometrische Messungen der Säulenfraktionen gelingt eine Identifizierung und quantitative Bestimmung. — *Arbeitsweise.* Die Elution wird mit Alkohol oder alkoholischer Salzsäure (etwa 0,1 n) vorgenommen. Die Säule ist 25 cm lang und hat einen ⌀ von 12 mm. Die Eluate werden in 25 ml-Fraktionen gesammelt und mit Hilfe eines Beckman-Spektrophotometers Modell DU gemessen. Die UV-Spektren zahlreicher aromatischer und heterocyclischer Säuren sowie von Derivaten werden mitgeteilt.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 593—595 (1959). Hosp. Special Surgery, New York, N. Y. (USA). D. Jentzsch

Lösungswärmen für Benzol, Cyclohexen, Cyclohexan und Cyclopenten die durch Gas-flüssig-Verteilungschromatographie ermittelt wurden, teilen B. H. Pyke und E. S. Swinbourne[1] in Ergänzung zu den Arbeiten von J. R. Anderson und K. H. Napier[2] mit. Als stationäre Phase dient Polyäthylenglykol-octylkresyläther. Die Messungen werden bei 62,5, 80 und 100° C ausgeführt. Die Schaltung des Thermistorenkreises wird angegeben.

[1] Austral. J. Chem. **12**, 104—106 (1959). Univ. New South Wales und Petroleum Ltd. Balmain N.S.W. (Australien). — [2] Austral. J. Chem. **9**, 541 (1956); **10**, 250 (1957); vgl. diese Z. **158**, 442 (1957). D. Jentzsch

Eine spektrophotometrische Bestimmungsmethode von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen wird von A. J. Lindsey[1] angegeben. Die polycyclischen Aromaten werden vorher an einer Aluminiumoxyd-Säule chromatographisch aufgetrennt, wobei vor allem Cyclohexan als mobile Phase verwendet wird. Die einzelnen Fraktionen werden spektrophotometrisch im UV-Bereich untersucht. Bezüglich der chromatographischen Sequenz der einzelnen Kohlenwasserstoffe vgl. P. Wedgwood und R. L. Cooper[2]. Die Absorptionsmaxima im Bereiche von 200 bis 400 mμ einer Reihe von Verbindungen sind im Original angegeben. Es sind noch einige Mikrogramm Substanz erfaßbar. Die Methode eignet sich zur Untersuchung von *Kohlenwasserstoffen in Tabakrauch* und sonstigen *Verbrennungs-* und *Pyrolyseprodukten.* — *Arbeitsweise.* Das zur Verwendung gelangende Cyclohexan wird vorher an einer Kolonne (150 × 5 cm) von Silicagel, das bei 300° C getrocknet wurde, von Benzol befreit. Die Probe (teerige Produkte aus Tabakrauch, oder sonstige Pyrolyseprodukte) wird mit Aceton extrahiert, mit dem gleichen Volumen Cyclohexan versetzt und auf 70° C erhitzt. Man gießt ab und wiederholt den Vorgang mehrmals. Angebrannte Nahrungsmittel werden vorher mit alkoholischer Lauge gekocht und mit Cyclohexan extrahiert. Die Cyclohexanlösung wird

sodann mehrmals mit verd. Schwefelsäure, Wasser und Natronlauge gewaschen und an einer Aluminiumoxydsäule chromatographiert.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **20**, 175—181 (1959). Sir John Cass College, London (England). — [2] Analyst **78**, 170 (1953); vgl. diese Z. **141**, 293 (1954).

G. Kainz

Über zu hohe Alkoxylwerte bei Phenolen, die eine tertiäre Butylgruppe enthalten, berichten A. D. Campbell und V. J. Chettleburgh[1]. Phenole mit *Methyl-, sek. Butyl-* und *iso-Butylgruppen* liefern hingegen richtige Resultate. Die anomalen Werte sind am höchsten, wenn als Lösungsmittel Phenol + Propionsäureanhydrid und als Waschflüssigkeit Natriumacetatlösung verwendet werden. Mit Phenol als Lösungsmittel und Cadmiumsulfat-Natriumthiosulfatlösung als Waschflüssigkeit werden jedoch richtige Methoxylwerte erhalten. Eine Ausnahme macht nur *2,6-Ditert.-butyl-4-methylphenol*, das positive Methoxylwerte gibt, ohne eine Methoxylgruppe zu besitzen. — *Empfohlene Arbeitsweise.* 5—10 mg Probe werden mit 30 mg Phenol, 0,02 ml 30%iger unterphosphoriger Säure und 1 ml Jodwasserstoffsäure (D 1,7) versetzt. Unter Durchleiten von Kohlendioxyd (4 ml/min) wird 1 Std zum Sieden erhitzt. Der Wäscher enthält 2 ml eines Gemisches von gleichen Teilen einer 5%igen Cadmiumsulfat- und einer 5%igen Natriumthiosulfatlösung. Im Absorptionsgefäß befinden sich 5 ml einer Lösung von 10 Tr. Brom in Kaliumacetatenthaltendem Eisessig. Die Titration wird wie üblich ausgeführt.

[1] Analyst **84**, 190—193 (1959). Univ. Otago, Dunedin (Neu-Seeland).

G. Kainz

Die quantitative Bestimmung der Isomeren des Nitrochlorbenzols nebeneinander mit Hilfe der IR-Absorptionsspektren beschreiben V. A. Pozdyšev und E. S. Levin[1]. Als Lösungsmittel wird reinster Tetrachlorkohlenstoff verwendet. Die Absorptionsspektren werden im Gebiet von 100—1300 und 2400—3300 cm^{-1} unter Verwendung von Kaliumbromid-, Natriumchlorid- und Lithiumfluoridprismen aufgenommen. Für die Bestimmung des p-Nitrochlorbenzols wird die Bande bei 533 cm^{-1} verwendet, für das m-Nitrochlorbenzol dienen die Banden bei 917 und 879 cm^{-1}, für das o-Nitrochlorbenzol bei 1053 cm^{-1}. Die Bestimmung erfolgt wie üblich mit Hilfe einer aufgenommenen Eichkurve. Der Fehler beträgt 1 bis maximal 10%.

[1] Ž. anal. Chim. **14**, 128—132 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Vorošilov-Forsch.-Inst. f. organ. Halbprodukte u. Farbstoffe, Moskau (UdSSR). K. Hertzog

Eine neue Bestimmungsweise von Phenylhydrazin und Hydroxylamin und ein indirektes Bestimmungsverfahren der Carbonylgruppe beschreibt B. Buděšínský[1]. Die Verfahren beruhen darauf, daß sich Kupfer(II)-ionen in Pyridinlösung mit Phenylhydrazin, 2,4-Dinitrophenylhydrazin oder Hydroxylamin glatt unter Bildung von einwertigem Kupfer umsetzen. Der Reaktionsverlauf kann potentiometrisch verfolgt werden. Bei der Carbonylbestimmung setzt man zunächst mit einer bekannten Menge Phenylhydrazin um und titriert den unverbrauchten Rest mit Kupfer(II)-salz zurück. — *Ausführungen. a) Bestimmung der Carbonylgruppe:* In dem Reaktionsgefäß (Abb. 1, *a*) werden etwa 25 mg der zu untersuchenden Substanz (Einwaage *n*) mit 5 ml Pyridin und 38—40 mg von Phenylhydrazinhydrochlorid (Einwaage *A*) versetzt. Man leitet dann 5 min lang Stickstoff durch das Gefäß, schließt die beiden Hähne (k_1 und k_2), befestigt den Pfropfen mit Stahlfedern und taucht das Gefäß für 15 min bis zur Hälfte in ein kochendes Wasserbad. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird der Hahn k_2 geöffnet, der Stopfen entfernt und das Gefäß rasch an die Titrationseinrichtung (Abb. 1, *b*) angeschlossen, durch die ein N_2-Strom (2 Blasen/sec) geleitet wird. Er entweicht durch die mit

20%iger Essigsäure beschickte Waschflasche *c* (zur Beseitigung der Pyridindämpfe) in die Atmosphäre. In dieser Einrichtung wird die analysierte Lösung mit 0,05 m Kupferacetatlösung [11 g reines $Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ in 900 ml des Äthanol-Pyridin(1 : 1)-Gemisches aufgelöst, auf 1 l-Endvolumen mit demselben Lösungsmittelgemisch ergänzt und nach 3 Tagen Stehen abfiltriert (Blaubandfilter); der Titer der geklärten Maßlösung wird durch potentiometrische Titration von reinstem Phenylhydrazinhydrochlorid festgestellt] unter potentiometrischer Verfolgung (Indikationselektrode: Pt-, Vergleichselektrode: gesättigte Kalomel-Elektrode) titriert (Verbrauch *a*). Das Inflexionspotential beträgt etwa −200 mV, der Potentialsprung im Punkt der Inflexion ist deutlich, die Potentialeinstellung verläuft

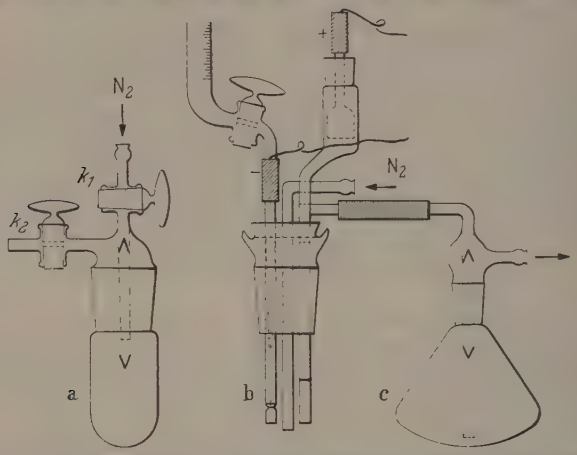

Abb. 1. Anordnung zur Bestimmung von Phenylhydrazin und Hydroxylamin sowie der Carbonylgruppe nach BUDĚŠÍNSKÝ. *a* Reaktionsgefäß; *b* Titrationseinrichtung; *c* Waschkolben

ausreichend rasch (15—30 sec). Zum Eliminieren der möglichen Fehler wird der Titer der gebrauchten 0,05 m Kupferacetatlösung vorteilhaft aus einem identisch vorgenommenen Blindversuch (Einwaage des Phenylhydrazinhydrochlorids *B* Milligramm, Titrationsverbrauch des Agens *b* Milliliter) ermittelt. Der Prozentgehalt an Carbonylgruppen der untersuchten Substanz wird dann aus dem Ausdruck $\%\,CO = (19{,}37/n) \cdot (A - Ba/b)$ errechnet. — *b) Bestimmung von Hydroxylamin bzw. Phenylhydrazin.* Man verfährt wie oben; die Titration wird jedoch direkt nach Einbringen der untersuchten Substanz (Hydroxylaminhydrochlorid in Form seiner verdünnten Pyridinlösung, Phenylhydrazinhydrochlorid als feste Substanz ohne vorheriges Auflösen) ohne Zwischenerwärmung ausgeführt. 1 ml der 0,05 m Kupferacetatlösung entspricht 1,737 mg Hydroxylaminhydrochlorid bzw. 3,615 mg Phenylhydrazinhydrochlorid. — Die beschriebene Methode weist für 3,5—17,5 mg Hydroxylaminhydrochlorid etwa $\pm$ 0,46%igen relativen Fehler, für 6,9—42,2 mg Phenylhydrazinhydrochlorid etwa $\pm$ 0,11%igen relativen Fehler auf. Bei der indirekten Carbonylbestimmung werden $\pm$ 0,3%ige Abweichungen der Resultate von theoretischen Werten beobachtet; der Anwendungsbereich des letzten Verfahrens unterliegt denselben Einschränkungen wie der der Bestimmungsmethode nach F. v. FALKENHAUSEN[2].

[1] Chem. Listy **52**, 2292—2295 (1958) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. f. Pharm. und Biochem., Prag (ČSR). — [2] Diese Z. **99**, 241 (1934). M. HŘIVNÁČ

Chromatographische Trennung von aromatischen Carbonylverbindungen. V. L. Pikaeva[1] beschreibt eine chromatographische Methode zur Trennung der Oxydationsprodukte von Diphenyläthan *(Benzyl, Desoxybenzoin, Benzoin, Benzaldehyd, Phenylacetaldehyd)* in Form von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen. Die Trennung wird auf acetyliertem, mit n-Octylalkohol getränktem Papier in einem Gemisch von Hexan, Toluol und Essigsäure (6:1:3 Vol.) als strömender Phase durchgeführt. Die die 2,4-Dinitrophenylhydrazone enthaltende Lösung wird ohne weitere Behandlung chromatographiert, da das 2,4-Dinitrophenylhydrazin einen höheren R_f-Wert als alle Hydrazone im Gemisch besitzt und eine getrennte Zone bildet. Es werden folgende R_f-Werte angegeben: 2,4-Dinitrophenylhydrazin 0,76, Hydrazone von Benzoin 0,34, Benzaldehyd 0,45, Phenylacetaldehyd 0,53, Benzyl 0,58, Desoxybenzoin 0,67. Die Chromatogramme werden durch Besprühen mit alkoholischer Lauge entwickelt, und können auch quantitativ ausgewertet werden.

[1] Ž. anal. Chim. **14**, 184—187 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. chem. Physik, Akad. Wiss. UdSSR, Moskau. Lydia Killer

o- und p-Nitrobenzoesäure lassen sich nach Feststellungen von H. Buchowski und Z. Olempska[1] durch polarographische Messung des Grenzstromes einer wäßrigen Lösung vor und nach Extraktion mit einem Gemisch von Äthyläther und Toluol bestimmen. Die $1{,}10^{-3}$ bis $2 \cdot 10^{-3}$ m Lösungen der beiden isomeren Nitrobenzoesäuren vermischt man in entsprechenden Verhältnissen mit einem 0,3 m Acetatpuffer von p_H 4,2. 2 ml von jeder dieser Lösungen versetzt man in der Polarographierzelle mit 0,1 ml einer 0,005%igen Thymollösung und polarographiert nach Durchleiten von 250 ml Wasserstoff von 0 bis −1,4 V. Danach fügt man zu 5 ml jeder Lösung das gleiche Volumen der organischen Phase, bestehend aus einem 3:1-Gemisch von Äthyläther und Toluol, und schüttelt jedes Gemisch unter gleichartigen Bedingungen. Nach Trennung der Phasen polarographiert man die wäßrige Phase wieder in angegebener Weise. Aus den Gesamtergebnissen konstruiert man die entsprechende Eichkurve (Versuchstemperatur 20 ± 0,5° C). In den angewandten Konzentrationsbereichen sind die Grenzströme der Nitrobenzoesäure in Acetatpuffer der Konzentration proportional. Die Versuchsbestimmungen führen zu einem mittleren Fehler von ± 1% absolut bzw. von ± 3% relativ, was der Genauigkeit polarographischer Messungen entspricht. Verff. stellen theoretische Betrachtungen im Zusammenhang mit einer früheren Arbeit[2] an.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **3**, 635—640 (1958) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Warschau u. Inst. phys. Chem. Akad. Wiss. Warschau (Polen). — [2] Buchowski, H.: Chem. analit. (Warszawa) **3**, 627 (1958); vgl. diese Z. **172**, 201 (1960).
H. Freytag

Als neuen empfindlichen Tüpfelnachweis auf Chinone empfiehlt V. Anger[1] die beim Versetzen mit Diphenylbenzidin in 75%iger Schwefelsäure entstehende Blaufärbung. Orthochinone reagieren allgemein, während von den Parachinonen nur die Benzochinone, nicht aber die 1,4-Naphthochinone und Anthrachinone reagieren. Außer Chinonen geben mit dem vorgeschlagenen Reagens noch folgende organische Verbindungen eine positive Reaktion: Nitrosoderivate, Chloramine und -imine sowie Peroxyde der Äther, besonders des Dioxans. Benzoylperoxyd und 1,2-Diketone reagieren nicht. Die Erfassungsgrenze liegt je nach Art des Chinons bei 0,1—30 μg. — *Arbeitsweise.* Auf der Tüpfelplatte oder in einer Eprouvette wird 1 Tr. der Probelösung mit einigen Tropfen Reagens versetzt; falls nicht sofort eine Blaufärbung auftritt, wird die Eprouvette im siedenden Wasserbad kurz erwärmt. Bei Anwesenheit von Chinonen tritt Blaufärbung ein. *Reagens.* Lösung von 30 mg Diphenylbenzidin in 20 ml konz. Schwefelsäure und 10 ml Wasser. Sollte die

Reagenslösung trotz Verwendung von Schwefelsäure p.a. blau gefärbt sein, so kann man sie mit etwas Devardalegierung versetzen und im Wasserbad erwärmen. Nach Absetzen des überschüssigen Metalles ist das Reagens farblos und brauchbar.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 386—388. Lab. Dr. Anger, Wien (Österreich). H. Garschagen

Zur Trennung und Identifizierung von Fluorescein- und Phenolphthaleinderivaten benutzen C. R. McMillion und H. A. Brown Dunning jr.[1] die Papierchromatographie. Als mobile Phase wird ein Phosphatpuffer verwendet, und zwar ein Puffer von p_H 11 für die Phthaleine und ein solcher von p_H 8,5 für Fluoresceinderivate. — *Arbeitsweise.* 2 μl einer 1%igen Lösung der Probe werden auf Whatman-Papier Nr. 1 aufgebracht und mit einer 0,5 m Lösung von Natriumphosphat, der zur Einstellung eines p_H-Wertes von 8,5 bzw. 11 eine 0,5 m Lösung von Natriumdihydrogenphosphat zugesetzt ist, entwickelt. Nach 2 Std trocknet man das Chromatogramm und besprüht mit einer verdünnten Lösung von Natronlauge in 50%igem Alkohol. Die Flecken werden im sichtbaren sowie im UV-Licht betrachtet. Die R_f-Werte sind im Original wiedergegeben. Die Trennung kann auch auf Cellulosesäulen (14 × 800 mm, Packungshöhe 700 mm) vorgenommen werden. Die Probe wird als 1%ige Lösung (0,02 ml) am Kopf der Kolonne aufgebracht und mit obigen Pufferlösungen entwickelt. Je Stunde sollen 40 ml Eluat austreten. Zur Bestimmung der Konzentration werden zu jeder Fraktion 5 ml Wasser hinzugefügt, und die optische Dichte wird bei 525 mμ bestimmt.

[1] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **48**, 249—251 (1959). Hynson, Westcott & Dunning, Inc., Baltimore, Md. (USA). G. Kainz

Ein Verfahren zur colorimetrischen Bestimmung von Furfurol mit Anthranilsäure beschreiben D. A. Isăcescu, S. Biller und M. Macavei-Beştelei[1]. 4 ml der zu untersuchenden Furfurollösung werden mit der gleichen Menge einer 10%igen alkoholischen ungefähr 1 m Lösung von Anthranilsäure versetzt; die auftretende kirschrote Färbung wird nach 10 min in einem Colorimeter vom Typ Duboscq mit grünem Filter gemessen. Bei einer Schichthöhe von 10 mm können 0,5—20 g/l Furfurol bestimmt werden. Als Standard dient eine Lösung von 10 g/l Furfurol. Der absolute Fehler beträgt 1—2% für Schichthöhen von 10—20 mm.

[1] Comun. Acad. Republ. Popul. Romîne **8**, 897—901 (1958) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) Lydia Killer

IV. Spezielle analytische Methoden

1. Analyse von Lebensmitteln

Die flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium in Wein. W. Diemair und C. Gundermann[1] vergleichen das von J. Wurziger[2] angewendete flammenphotometrische Verfahren mit gravimetrischen Methoden und finden, daß zur schnellen und orientierenden Bestimmung von K und Na in Wein die flammenphotometrische Methode den Vorzug verdient, da sie zeitsparend ist und gut reproduzierbare Werte liefert. Verff. bestimmen den Gehalt an K und Na in Wein, Carbonat-Oxydasche und Chloridasche. Die gravimetrische Bestimmung von Na erfolgt nach dem Verfahren von O. Reichard[3], Kalium wird ebenfalls nach O. Reichard[4] als Salz der 5-Nitrobarbitursäure bestimmt. — Für 25 Weine verschiedener Herkunft ist Tabellenmaterial angegeben.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **109**, 469—474 (1959). Inst. Lebensmittelchem., Univ. Frankfurt. — [2] Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **51**, 124 (1955); vgl. diese Z. **149**, 371 (1956). — [3] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **85**, 146 (1943). — [4] Diese Z. **140**, 188 (1953). Johanna Sepp

Eine volumetrische Methode zur Bestimmung geringer Mengen Halogen in Nahrungsmitteln wird von I. Iwata[1] mit Hilfe eines Hochfrequenztitrimeters mit Kathodenstrahlröhre durchgeführt. Das Gerät und die Durchführung von Titrationen werden beschrieben. Die Titration von Schwefelsäure oder Salzsäure mit Natronlauge gibt exakte Werte. Die Titration von $AgNO_3$ mit 0,001 n NH_4SCN-Lösung erfolgt mit einem Fehler von $\leqq \pm 0{,}03$ ml. Cl^- kann nach Fällung mit $AgNO_3$ durch Rücktitration des überschüssigen $AgNO_3$ bis auf $\pm 2\,\mu g$ genau bestimmt werden. Der Cl^--Gehalt in Lebensmitteln kann ohne Störwirkung gleichzeitig anwesender Ionen erfaßt werden.

[1] Jap. Analyst **8**, 149—152 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Tokyo (Japan). Hildegard Pluskal

Die Molisch-Reaktion auf Kohlenhydrate hat T. A. Turney[1] in folgender Weise abgewandelt: Man fügt 0,1 g der zu untersuchenden Probe zu 0,1 g α-Naphthol in einem trockenen Reagensglas, gibt 2 ml konz. Schwefelsäure hinzu und mischt. Der Test ist positiv, wenn beim Stehenlassen sich eine violette oder rotviolette Farbe langsam entwickelt. Auf die Reinheit der verwendeten Reagentien muß geachtet werden.

[1] Analyst **84**, 194 (1959). Univ. Auckland (Neuseeland). L. Acker

Bei der Bestimmung der reduzierenden Zucker mit dem von J. B. Sumner[1] entwickelten Dinitrosalicylsäurereagens, bestehend aus Dinitrosalicylsäure, Rochellesalz, Phenol, Natriumhydrogensulfit und Natriumhydroxyd, geht ein Teil des Zuckers verloren. G. L. Miller[2] hat diese Fehlerquelle studiert und gefunden, daß für diese Verluste das Rochellesalz verantwortlich ist, das die Schutzwirkung von Sulfit stört. Rochellesalz dient zur Stabilisierung der Färbung. Es wird ein modifiziertes Reagens mit folgender Zusammensetzung empfohlen: 1% Dinitrosalicylsäure, 0,2% Phenol, 0,05% Natriumsulfit und 1% Natriumhydroxyd. Bei reinen Zuckerlösungen und bei Abwesenheit von Stoffen, welche die Farbstabilität beeinflussen, genügt dieses Reagens allein. In allen anderen Fällen wird zur Stabilisierung des Farbtons zur Mischung der Reaktionsteilnehmer 1 ml einer 40%igen Lösung von Rochellesalz *nach* der Farbentwicklung und *vor* der Kühlung gegeben.

[1] J. biol. Chemistry **47**, 5 (1921); **62**, 287 (1924/25); **65**, 393 (1925); vgl. diese Z. **139**, 53 (1953); Sumner, J. B., u. E. B. Sisler: Arch. Biochem. Biophysics **4**, 333 (1944); [2] Analyt. Chemistry **31**, 426—428 (1959). Quartermaster, Res. Engng. Center, Natick, Mass. (USA). L. Acker

Zur Bestimmung des Proteingehaltes in Weizen und Mehlproben wenden L. Feinstein und J. R. Hart[1] folgende einfache *Arbeitsweise* an. 1 g Mehl oder Weizen werden auf ± 5 mg genau abgewogen, in eine Flasche gebracht und mit 100 ml 0,05 n Natronlauge 15 min geschüttelt. Das suspendierte Material wird durch Zentrifugieren mit 6000 U/min (etwa 10 min) von der Lösung getrennt. Mit Hilfe einer Pipette werden 5 ml der Lösung in einen mit Glasstöpsel versehenen graduierten Zylinder gebracht und mit Sulfosalicylsäurelösung (30 g/l) auf 50 ml verdünnt. Der Zylinder wird dann 2 oder 3 mal gewendet um die kolloidale Suspension in der Lösung gut zu verteilen. Die Trübung wird in einem Klett-Summerson-Colorimeter mit einem 540 mμ-Filter gemessen. Die Beziehung zwischen dem angezeigten Colorimeterausschlag (y) und dem Prozentgehalt an Protein (x) ist linear. Aus 103 Mehlproben ist die Gleichung $y = 2{,}53 + 18{,}20\,x$, aus 99 Weizenproben die Gleichung $y = 2{,}99 + 18{,}02\,x$ ermittelt worden.

[1] Cereal Chem. **36**, 191—193 (1959). Biol. Sci. Branch, AMS, Dep. Agricult., Beltsville, Md (USA). Johanna Sepp

Die Bestimmung von Amylose und Amylopektin in verschiedenen Stärkearten haben R. D. Patel, R. S. Patel und R. P. Patel[1] potentiometrisch und spektrophotometrisch vorgenommen. Bei der potentiometrischen Bestimmung haben sie sich auf die Arbeitsweise von S. Lansky, M. Kooi und T. J. Schoch[2] gestützt, bei der spektrophotometrischen Bestimmung sind sie nach R. W. Kerr und O. R. Trubell[3] verfahren. Die von ihnen erhaltenen Werte stimmen gut mit den von S. Peat, E. J. Bourne und M. J. Nicholls[4] angegebenen überein. Die spektrophotometrische Methode, die einfacher und schneller ist, wird als genau bezeichnet.

[1] Sci. and Cult. **24**, 291—292 (1958). Sardar Vallabhbhai Vidyapeeth, Vallabh-Vidyanagar (Via Anand) (Indien). — [2] J. Amer. chem. Soc. **71**, 4066 (1949). — [3] Paper Trade J. **117**, 15, 25 (1943). — [4] Nature **161**, 206 (1948). L. Acker

Zur butyrometrischen Fettbestimmung im Rahm äußert sich G. Roeder[1]. Am gebräuchlichsten sind das Abmeßverfahren (5 ml Rahm) und das Abwägeverfahren (5,00 g Rahm). Das erste Verfahren wird wegen der einfachen Abmessung am häufigsten angewandt, ist aber wegen der möglichen Lufteinschlüsse ungenauer. Um die Vorteile des Wägeverfahrens auszunutzen, das Einwägen aber zu vereinfachen, haben M. E. Schulz und W. Kley[2] vorgeschlagen, die ungefähr richtige Menge einzugeben, das jeweilige Gewicht festzustellen und dann die Abweichungen von 5,00 g rechnerisch zu berücksichtigen. Bei diesem Verfahren wird die zum Aufschluß notwendige Temperatur durch Vermischen der übereinander geschichteten Flüssigkeiten im Butyrometer erzeugt. Diese Variante des butyrometrischen Verfahrens wurde vom Verf. überprüft, wobei zwei Ausführungsformen des Butyrometers (DIN 0010284 und 0010284a) benützt wurden. Zum Vergleich wurde der Fettgehalt gewichtsanalytisch nach Weibull-Stoldt und nach dem Abmeßverfahren von Köhler bestimmt. Wie zu erwarten, ist die Streuung beim Abmeßverfahren größer als beim Wägeverfahren. Die Genauigkeit der butyrometrischen Verfahren allgemein ist dadurch begrenzt, daß bei ihnen das Fett zwar volumetrisch gemessen wird, die abgelesenen Werte aber Gewichtsprozente darstellen. Die Schwankungen des spezifischen Gewichts beeinflussen daher die Genauigkeit, außerdem auch die Schwankungen im Gehalt an ungesätt. Fettsäuren, der für die Angreifbarkeit durch die Schwefelsäure maßgebend ist, wobei unterschiedliche Mengen an löslichen Umsetzungsprodukten entstehen.

[1] Milchwissenschaft **14**, 194—203 (1959). — [2] Milchwissenschaft **10**, 328 (1955); vgl. diese Z. **151**, 125 (1956). L. Acker

Fremdfettbestimmung in Kakaoerzeugnissen. A. Purr[1] berichtet über die kombinierte Anwendung der Tieftemperatur-Kristallisation und der säulenchromatographischen Analyse zum Nachweis des „Englischen Kakaobutter-Ersatzfettes" (EKE) in Mengen bis zu 5% in der Kakaobutter. Zur Untersuchung gelangen nichthydrierte Fettsäuren, die aus unverfälschter und verfälschter Kakaobutter durch Tieftemperatur-Kristallisation und nachfolgender Verseifung der acetonlöslichen Glyceridfraktion erhalten werden. Die Gewinnung der Glycerid-Fraktionen (flüssiger Anteil) erfolgte durch Tieftemperatur-Kristallisation acetoniger Lösungen (1:10) bei −25° C in 90 min[2]. Die säulenchromatographische Trennung von Fettsäuren der acetonlöslichen Glycerid-Fraktion von reiner Kakaobutter, reinem EKE und von mit 5% EKE verfälschter Kakaobutter wird genau beschrieben, die dazu benutzte Apparatur an Hand einer Abbildung erklärt. Weiter ist eine schematische Darstellung der Arbeitsmethodik zur Durchführung der säulenchromatographischen Trennung von denjenigen Fettsäuren angeführt, die für die Fremdfette,

nicht aber für die Kakaobutter arteigen sind. — Mehrere graphische Darstellungen erläutern die Untersuchungsergebnisse. Wegen der sehr ausführlichen Arbeitsvorschriften sei auf das Original verwiesen.

[1] Fette u. Seifen **61**, 119—126 (1959). Inst. Lebensmitteltechnol. Verpackung, München. — [2] Purr. A.: Süßwaren **2**, 461 (1958). Johanna Sepp

Die Isolierung, Trennung und Identifizierung der Polyphenole des Teeblattes mit Hilfe der Cellulose-Säulenchromatographie durch Verteilung und Adsorption beschreiben L. Vuataz, H. Brandenberger und R. H. Egli[1]. Nach einer Übersicht über die im Teeblatt vorhandenen Substanzgruppen werden ausführliche Vorschriften zu deren Isolierung durch Extraktion mit 6 verschiedenen Lösungsmitteln, für die Trennung und spektrophotometrische Bestimmung gegeben. Zur Elution von den Säulen wird ein System mit zunehmender Polarität verwendet.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **2**, 173—187 (1959). Res. Lab. Nestlé's Products, Vevey (Schweiz). D. Jentzsch

Zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung von Spuren Blausäure (HCN) in Nahrungsmitteln und anderen Materialien verwenden V. Jedlička und A. Pašek[1] die oscillographische Polarographie mit Wechselstrom und Quecksilbertropfelektrode. In 1 m Ammoniumchloridlösung von p_H 5.65 ist Cyanwasserstoff durch einen scharfen irreversiblen Einschnitt auf dem kathodischen Ast des Oscillogramms bei positiven Potentialen gekennzeichnet. Das Verfahren kann zum Nachweis von HCN in der *Luft, im Wasser, im Blut und in Nahrungsmitteln* dienen, wofür Arbeitsvorschriften gegeben werden. Der Nachweis ist noch in Lösungskonzentrationen $4 \cdot 10^{-4}$ m möglich. Die Anwesenheit von Schwefelkohlenstoff stört dabei nicht. — *Zur quantitativen Auswertung* wird die Tiefe der Einschnitte mit Hilfe der Methode von R. Kalvoda[2] gemessen. Die gekrümmte Eichkurve eignet sich zur Bestimmung in Konzentrationen von 0—100 μg HCN in 1 ml, wobei aber die experimentellen Bedingungen stets sorgfältig gleichgehalten werden müssen. So kann schnell die Residualblausäure in desinfizierten Nahrungsmitteln (Mehl, Getreide usw.) bestimmt werden.

[1] Československ. Farmac. **8**, 138—142 (1959) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Zentralforschungsinst. d. Nahrungsmittelindustrie Prag (ČSR). — [2] Chem. Listy **49**, 759 (1955). Z. Stejskal

Vitamine. L. Murea[1] hat verschiedene physikalisch-chemische Bestimmungsmethoden von *Vitamin* B_1 in bezug auf ihre Anwendbarkeit zur Analyse von rumänischen Arzneimitteln untersucht. — *Chemische Bestimmung.* Die etwa 0,1 g Thiaminchlorhydrat enthaltende Lösung wird mit 0,1 n Natronlauge gegen Bromthymolblau als Indicator titriert. Das Verfahren gibt für das Vitamin in Substanz genaue Resultate, bei Tabletten und Ampullen treten Differenzen von mehreren Prozenten auf, bei Polyvitamintabletten versagt das Verfahren. — *Photometrische Bestimmung.* Zur Herstellung von Diazobenzolsulfonsäurereagens mischt man unter Eiskühlung je 1,5 ml Sulfanilsäurelösung (0,45 g + 4,5 ml konz. Salzsäure in 50 ml) und Natriumnitritlösung (2,25 g in 50 ml), gibt nach 5 min weitere 6 m Nitritlösung zu und ergänzt nach weiteren 5 min Stehen in Eis mit Wasser auf 50 ml. Zur Bestimmung mischt man 12 ml Diazoreagens mit 30 ml Natriumcarbonatlösung (Gemisch aus 100 ml 1 n NaOH-Lösung + 100 ml einer Lösung von 5,76 g $NaHCO_3$/100 ml) und 0,7 ml 40%igem Formaldehyd, gibt die zu untersuchende Lösung zu, ergänzt das Volumen mit Wasser auf 50 ml und mißt nach 1 Std bei 500 mμ. Die mit Thiaminchlorhydrat gewonnene Eichkurve ist im Bereich 0 bis 8 μg eine Gerade. 2 μg/ml lassen sich in Tabletten und Ampullen

mit Fehlern von einigen Prozenten bestimmen. Nachteil des Verfahrens ist die Unbeständigkeit des Reagenses. — *Fluorimetrische Bestimmung (Thiochrommethode).* Man stellt von dem zu untersuchenden Material Lösungen mit ungefähr 1 μg Vitamin B_1/ml her, und zwar dadurch, daß man größere Einwaagen macht und entsprechend verdünnt. 2—3 ml dieser Lösungen werden mit Wasser auf 5 ml ergänzt, man fügt 1 ml 1%ige $K_3Fe(CN)_6$-Lösung und 3 ml 15%ige NaOH-Lösung zu und schüttelt mit genau 10 ml Isobutanol 2 min lang. Nach der Trennung der Phasen filtriert man die Isobutanolphase durch wasserfreies Na_2SO_4, mißt die Fluorescenzintensität im Pulfrich-Fluorimeter mit Blaufilter P und wertet auf Grund einer Eichkurve aus, die im Bereich 0—0,4 μg/ml eine Gerade ist. Die Versuchstemperatur ist streng konstant zu halten. Das Verfahren eignet sich für alle untersuchten Materialien, darunter Polyvitamindragees, Viplexdragees, Dragees und Ampullen mit dem B-Komplex. Wegen der umständlichen Arbeitsweise wird man die Methode aber nur anwenden, wenn kein anderer Weg zur Verfügung steht. — Die *polarographische Bestimmung* kann in 0,1 n KCl-Lösung als Grundelektrolyt oder in alkalischem Medium (5%ige NaOH-Lösung) durchgeführt werden. Im ersten Fall stellt man eine Lösung der zu untersuchenden Probe her, die 0,01 g Vitamin B_1 in 50 ml 0,1 n KCl-Lösung enthält, leitet durch 9 ml dieser Lösung 10—15 min lang Stickstoff und polarographiert zwischen 1,1 und 1,4 V. Dann gibt man 0,5—1 ml 0,2%ige Vitamin B_1-Standardlösung zu und polarographiert wieder. Zur Polarographie in alkalischem Medium versetzt man 1,3 ml der Vitamin B_1-Lösung (1 mg/ml) mit 4,7 ml 5%iger Natronlauge, entlüftet mit Stickstoff und polarographiert von 0,2—1,2 V. Das polarographische Verfahren ist wegen seiner Einfachheit zu empfehlen, die Arbeitsweise in alkalischer Grundlösung eignet sich zur Untersuchung von Tabletten und Ampullen.

[1] Farmacia (Bucureşti) **7**, 15—28 (1959) [Rumänisch]. (Mit dtsch., engl. u. franz. Zus.fass.) Forsch.-Inst. f. Pharm. u. Arzneimittelkontrolle, Bukarest (Rumänien).

A. Kurtenacker

Zur chemischen Bestimmung von Riboflavin machen J. Janicki und E. Kaminski[1] einige Verbesserungsvorschläge auf Grund der Untersuchungen verschiedener Autoren. Das an Eiweiß fest gebundene Riboflavin (z. B. in der Dehydrogenase der Bernsteinsäure) ist nicht durch Säurehydrolyse allein freizulegen, sondern muß proteolytisch und anschließend durch Phosphatasen abgelöst werden. — *Zur Bestimmung des lose gebundenen Riboflavins* wird der Extrakt auf folgende Weise gewonnen. Das zu untersuchende Material wird im Mörser mit 0,1 n Schwefelsäure im Verhältnis 1:15 bzw. 1:20 verrieben. Man erhitzt 45 min im siedenden Wasserbad, kühlt auf 30° C ab, stellt auf p_H 4,5 ein, versetzt mit 30 μg/g Clarase und läßt 12—15 Std bei 37° C stehen. Man füllt in einem entsprechenden Meßkolben auf und filtriert. Zur Erfassung des *fest an Eiweiß gebundenen Riboflavins* wird folgendermaßen verfahren: Die Substanz wird mit 0,066 m Phosphatpufferlösung (p_H 7,8—8,0) im Mörser verrieben, mit dieser Lösung verdünnt (1:15 bzw. 1:20), wie oben erhitzt und nach Abkühlen auf 30° C mit 30 μg/g Trypsin versetzt. Man läßt 12 Std bei 37° C stehen, gibt nach Einstellen auf p_H 4,5 Clarase hinzu und verfährt dann wie oben angegeben. — Durch diese Art der Extraktion werden wesentlich höhere Mengen an Riboflavin als bisher gewonnen. Für die Fluorescenzmessung des Riboflavin wird ein p_H zwischen 2,9 und 3,0 für erforderlich gehalten, weil in diesem Bereich der Einfluß von Begleitstoffen auf die Fluorescenz (Auslöschung) am geringsten ist, wenn auch Riboflavin in dieser Gegend nicht seine optimale Fluorescenz zeigt.

[1] Nahrung **2**, 606—614 (1958). Landwirtschaftl. Hochschule, Poznán (Polen).

L. Acker

Zur chemischen Bestimmung des Antipellagra-Vitamins in Lebensmitteln[1] haben sich B. Gassmann und K. Täufel[2] für das Analysenverfahren von T. E. Friedemann und E. Frazier[3] entschieden, das sie etwas modifiziert haben. Die bei der Bromcyanreaktion auftretenden störenden Färbungen werden hierbei durch Einzelerfassung der verschiedenen Blindwerte (Amin-, Bromcyan- und Extraktblindwert) nach Ansicht der Verff. am besten ausgeschaltet. Zur Extraktreinigung wird Fuller-Erde verwendet, wobei an dieses Adsorptionsmittel ganz bestimmte Anforderungen hinsichtlich Adsorption von Nicotinsäure und vollständiger Elution gestellt werden. Bei unvollständiger Elution wird vorgeschlagen, einen Verlustfaktor in Anrechnung zu bringen. Es wird wegen der größeren Streuung davon abgeraten, mit einem inneren Standard zu arbeiten. Die statistische Auswertung einer größeren Zahl von Bestimmungen (149) ergab einen Variabilitätskoeffizienten von 5,9%. — *Arbeitsweise.* Die zerkleinerte Probe mit 30—300 μg Nicotinsäure wird 1 Std mit 50 ml 1 n Natronlauge bei 100° C digeriert. Nach dem Abkühlen auf 20° C neutralisiert man mit 25 ml 2 n Salzsäure, füllt mit 25 ml 8 n Salzsäure auf 100 ml auf, wobei die Lösung 2 n sauer wird. Nach 30 min wird zentrifugiert. 20 ml Filtrat werden in einem 50 ml-Zentrifugenglas mit 3 g Fuller-Erde durchgeschüttelt und 5 min zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird verworfen. Man schüttelt mit 30 ml 0,2 n Schwefelsäure und anschließend mit 30 ml Wasser wieder auf, zentrifugiert und dekantiert. Dann eluiert man 3 mal mit je 10 ml 0,5 n Natronlauge. Die Eluate werden mit 2,5 g Bleinitrat bis zum Umschlag von Phenolphthalein geschüttelt und zentrifugiert. Die Nicotinsäurelösung wird dekantiert, mit tert. Kaliumphosphat schwach alkalisch gemacht, mit möglichst wenig 20%iger Phosphorsäure und Kaliumphosphat auf p_H 4,5 eingestellt und der Niederschlag zentrifugiert. Zur Bestimmung bringt man in 2 20 ml-Meßkölbchen 5 ml Eluat (1) bzw. 5 ml gepufferte Standardlösung (siehe unten), setzt in ein Wasserbad von 75° C, gibt nach 5 min 2,5 ml Bromcyanlösung (5%ig in 5%iger Kaliumdihydrogenphosphatlösung) zu, hält noch 5 min bei 75° C und 5 min 20° C und setzt 5 ml 10%ige Metolsulfatlösung in 1 n Salzsäure zu. Nach 45 min wird die Extinktion in 3 cm-Küvetten bei 402,5 mμ gegen eine Vergleichslösung gemessen, die an Stelle der Nicotinsäurelösung 5 ml Wasser enthält. Außerdem werden 3 Blindwerte bestimmt, der Aminblindwert (2) mit 5 ml Eluat, 2,5 ml KH_2PO_4-Lösung und 5 ml Metollösung, der Bromcyanblindwert (3) mit 5 ml Eluat, 2,5 ml Bromcyanlösung und 5 ml 1 n Salzsäure und der Extraktblindwert (4) mit 5 ml Eluat, 2,5 ml KH_2PO_4-Lösung und 5 ml 1 n Salzsäure, die alle gegen die entsprechenden Reagentien mit 5 ml Wasser gemessen werden. Den korrigierten Meßwert erhält man nach $E_{korr} = E_{(1)} - (E_{(2)} + E_{(3)} - E_{(4)})$. Der Gehalt in Milligrammprozent ist dann $E_{korr} \cdot 15/E_{St} \cdot$ Einwaage. — *Standardlösung (1 μg/ml)*: 25 mg Nicotinsäure werden mit 10 ml 1 n Salzsäure zu 1 l in Wasser gelöst. 10 ml dieser Lösung werden mit 20 ml 20%iger KH_2PO_4-Lösung auf 150 ml verdünnt.

[1] Vorige Mitteilung, siehe Gassmann, B., u. K. Täufel: Nahrung **2**, 371; **2**, 421 (1958); vgl. diese Z. **169**, 202 (1959); **171**, 133, 366 (1959). — [2] Nahrung **2**, 525—531 (1958). Inst. Ernähr., Potsdam-Rehbrücke, Akad. Wiss. Berlin. — [3] Arch. Biochemistry **26**, 361 (1950); vgl. diese Z. **133**, 459 (1951). L. Acker

Über die qualitative und quantitative Farbreaktion von Pyridoxal mit Schwefelsäure berichten V. E. Levine und R. N. Sass[1]. Die Farbbildung: Carbonyl (Aldehyde und Ketone)-Phenol-Mineralsäuren kann zum Nachweis einer dieser Komponenten verwendet werden. Pyridoxal, das neben der phenolischen Hydroxylgruppe noch eine Aldehydgruppe besitzt, gibt mit Schwefelsäure eine intensive gelbe Farbe im Gegensatz zu Pyridoxin, Pyridoxamin und Pyridoxinsäure, die hierbei farblos bleiben. Die Empfindlichkeit beträgt 1 μg, wenn 2 Tr. 0,5%iger $CuSO_4$-Lösung

zugesetzt werden und 10—15 min auf dem Wasserbad erhitzt wird. Ohne $CuSO_4$ und in der Kälte können 10 μg nachgewiesen werden. Das farbige Produkt der Reaktion von Pyridoxal mit konz. Schwefelsäure ergibt ein charakteristisches Absorptionsspektrum (Maxima bei 335 und 390 mμ) und folgt dem Beer-Lambertschen Gesetz in den untersuchten Pyridoxal-Konzentrationen von 10—100 μg. Zur *Ausführung* der Reaktion versetzt man 1 ml wäßrige Pyridoxallösung mit 4 ml konz. Schwefelsäure und photometriert bei 390 mμ. Die Farbe ist lange Zeit beständig. — In Tabellen ist das Verhalten zahlreicher Verbindungen gegenüber konz. Schwefelsäure zusammengestellt.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **20**, 137—146 (1959). The Creighton Univ. School of Med., Omaha, Nebr. (USA). H. Garschagen

Eine einfache Vitamin D-Bestimmung unter Verwendung von Superfiltrol beschreiben A. Fujita und K. Numata[1]. Nach ihren Untersuchungen ist das Präparat Superfiltrol Grade 1 Adsorbent (Reference SV-6192 bzw. SV-6801, Filtrol Corporation, Los Angeles, Calif.), in der Lage, beim einmaligen Durchgang durch eine Säule Vitamin A (soweit es in einer Menge von weniger als 500 μg vorliegt) quantitativ zu entfernen, ohne daß gleichzeitig Verluste an Vitamin D auftreten. Vitamin D soll wenigstens in einer Menge von 5 μg vorhanden sein. Störende Steroide, besonders Cholesterin, werden beim Stehenlassen der methanolischen Lösung bei — 15° C ausgeschieden. Zur Chromatographie wird eine Säule 10 × 30 mm benützt. Die Vitamine werden, in 1 ml eines Gemisches von Hexan-Äther (7:1) gelöst, auf die Säule gebracht. Man gießt 4 ml des gleichen Lösungsmittelgemischs nach und verwirft den Durchlauf. Weitere 4 ml des gleichen Gemischs werden mit einer Geschwindigkeit von 6—10 Tr./min durchlaufen lassen. In diesen 4 ml ist dann das Vitamin D gelöst. Die Bestimmung erfolgt über die $SbCl_3$-Reaktion und durch Messung der Extinktion bei 500 mμ.

[1] J. Vitaminol. (Kyoto) **4**, 299—309 (1958). Kitasato Inst., Shiba-Shirokanesankocho, Takanawa, Tokyo (Japan). L. Acker

Für die chemische Bestimmung von Rutin (Vitamin P) extrahieren J. Gierlowska, S. Kwiatkowska und A. Reinhercs[1] etwa 15 g *Buchweizen* (getrocknetes Kraut), der mit 40 ml Wasser angefeuchtet wird, mit 300 ml Alkohol 30 min auf dem Wasserbad, anschließend noch 3—4 mal mit je 200 ml, und füllen die durch Gaze filtrierten Extrakte auf 1 l auf. Die Konzentration an Rutin soll dabei 450 bis 900 μg/ml betragen. Auf Whatman-Papier Nr. 1 werden 0,1—0,6 ml Extrakt unter Verwendung von mit Wasser gesätt. Äthylacetat als Fließmittel chromatographiert. Es werden mehrere Chromatogramme hergestellt, davon jeweils eines mit einer Standardlösung (1,5 mg Rutin/ml). Die Wanderungsgeschwindigkeit des Rutins ist abhängig vom Alter des Fließmittels, nach partieller Hydrolyse des Esters nimmt der R_f-Wert zu (bei frischem Fließmittel 0,052). Wo die Rutinflecken zu erwarten sind, wird mit 0,1 m Aluminiumchloridlösung besprüht. Die gelben Flecken werden nach Trocknen ausgeschnitten, der gelbe Farbkomplex mit Wasser eluiert. Die Extinktion wird nach Filtrieren im Pulfrich-Photometer in 1 cm-Küvetten mit Filter S 42 gegen Wasser gemessen.

[1] Nahrung **2**, 705—709 (1958). Akad. Wiss., Warszawa (Polen). L. Acker

Zum Nachweis von Sorbinsäure geben H. Böhme und L. Bertling[1] folgende Methode an: Man fällt die Sorbinsäure aus der wäßrigen Lösung (z. B. dem Wasserdampfdestillat des zu untersuchenden Lebensmittels) durch Zugabe von 0,1%iger Quecksilber(I)-nitratlösung, filtriert bzw. zentrifugiert nach 15 min, wäscht mit

einigen Tropfen Wasser, überführt den Niederschlag auf einen Hohlschliffobjektträger und trocknet auf dem Heizblock eines Mikroschmelzpunkt-Apparates bei 55—60° C. Man fügt aus einer eng ausgezogenen Pipette 2—4 Tr. 25%ige Salzsäure zu, verdampft wieder bei 55—60° C, bedeckt sodann mit einem normalen Objektträger und erhitzt zum Sublimieren der Sorbinsäure auf 90—100° C, wobei zur Kühlung ein aufgesetztes Gewichtsstück dienen kann und gegebenenfalls zwischen die beiden Objektträger ein Messingring gelegt wird. Anschließend bestimmt man den Schmelzpunkt des Sublimats (134—135° C) und ermittelt zur weiteren Charakterisierung die eutektischen Temperaturen mit Benzanilid (123° C) oder Phenacetin (107—108° C). Ohne Schwierigkeiten gelingt es, auf diese Weise noch 0,8 mg Sorbinsäure in wäßriger Lösung einwandfrei zu identifizieren.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **109**, 336—337 (1959). Univ. Marburg/Lahn. JOHANNA SEPP

Einige Naturfarbstoffe, die zum Färben von Lebensmitteln verwendet werden, untersucht R. C. T. PUCHE[1] papierchromatographisch. Die besten Resultate bekommt man mit einem Startfleck von 2 mm ⌀. Als Lösungsmittel werden Xylidin-Salzsäure-Wasser (0,5:5:10) und mit 10%iger Salzsäure gesätt. Butanol verwendet. Verf. erhält in diesen beiden Fließmitteln folgende R_f-Werte: *Alizarin* 0,60; 0,42; *Curcumin* 0,00; 0,95; *Cochenille* 0,50; 0,64; *Rocu* 0,45; 0,00; *Orchille* 0,60; 0,00; *Indigotin* 0,38; 0,02.

[1] Rev. Asoc. bioquim. argent. **23**, 225—227 (1958). IRMGARD PFITZER

Über eine quantitative Bestimmungsmethode von Monobromessigsäure und ihren Derivaten berichten K. WOIDICH, L. SCHMID, T. LANGER, H. GNAUER und H. WOIDICH[1]. Die Verff. überführen die Bromessigsäure mit konz. wäßrigem Ammoniak in Glycin, das nach Reinigung mit Aktivkohle oder durch Papierchromatographie colorimetrisch mit Ninhydrin bestimmt wird. Bei Abwesenheit anderer bromhaltiger Verbindungen können Bromessigsäure und ihre Derivate — nach Verglühen der alkalisch gemachten Probe — durch jodometrische Bestimmung des Bromids nach KOLTHOFF[2] sehr genau erfaßt werden. — *Arbeitsweise.* Die zu untersuchende Probe wird zuerst nach K. WOIDICH, L. SCHMID und H. GNAUER[3] qualitativ auf Monobromessigsäure, homologe Bromfettsäuren, Chlor- und Jodessigsäure sowie Bromid untersucht (papierchromatographische Trennung mit Cyclohexan-Dioxan-Essigsäure-Wasser). Bei Abwesenheit anderer Bromverbindungen wird Bromessigsäure in folgender Weise bestimmt: 100 ml der schwach sauren Probe werden 3mal mit Äther (100, 50, 50 ml) ausgeschüttelt. Der Ätherextrakt wird mit wenig Wasser gewaschen. Nach Zusatz von 5 ml 0,5 n Natronlauge destilliert man den Äther ab, überführt den alkalischen Rückstand in eine Platinschale und dampft zur Trockne ein. Man erhitzt 2—3 Std auf 150—180° C und nach Veraschen 2 Std auf 450° C. Der Rückstand wird in wenig heißem Wasser aufgenommen, mit verd. Schwefelsäure auf p_H 5—6 gebracht und von Kohleresten abfiltriert. Man fügt 5 ml Phosphatpufferlösung (20 g Natriumdihydrogenphosphat in 100 ml Wasser) und 5 ml 1 n Natriumhypochloritlösung hinzu und erhitzt langsam innerhalb von 5—10 min zum Sieden. Nach kurzem Aufkochen werden 5 ml Natriumformiatlösung (20 g 100 ml Wasser) hinzugegeben, die Kolbenwand wird abgespült und 5 min erhitzt. Nach dem Abkühlen verdünnt man auf 100 ml, setzt Kaliumjodid hinzu und titriert nach Zugabe von 10 ml Salzsäure (1 : 1) mit 0,01 n Natriumthiosulfatlösung. — Bei Anwesenheit anderer bromhaltiger Verbindungen wird wie folgt verfahren: 100 ml der zu prüfenden, schwach sauren Probe (*Fruchtsaft*, *Wein* oder *Bier*) werden mit peroxydfreiem Äther 3mal wie oben ausgeschüttelt und die Extrakte mit 5 ml Wasser gewaschen. Man setzt 2 ml 0,1 n Natronlauge

und 10 ml konz. Ammoniak zu und schüttelt 1 Std lang. Dann wird der Äther verdampft und es wird solange erhitzt, bis kein NH_3-Geruch feststellbar ist. Nun wird mit 2 ml 0,1 n Salzsäure angesäuert und die Glycinlösung mit Aktivkohle oder durch Papierchromatographie gereinigt. *a) Reinigung mit Aktivkohle.* Die wäßrige Lösung wird auf 5 ml eingeengt, mit einer abgekühlten Kohlesuspension, die man durch Aufkochen von 100 mg Kohle in 5 ml Wasser erhält, versetzt, 30 min stehen gelassen, filtriert und zur Trockne eingedampft. Der Abdampfrückstand wird mit 10 ml Ninhydrinreagenslösung übergossen und die erhaltene Farblösung nach 24 Std bei 500 mμ colorimetriert. Zur Herstellung des Ninhydrinreagenses werden 10 ml Ninhydrinlösung (500 g Ninhydrin in 25 ml Äthanol) mit 4 ml Cadmiumacetatlösung (200 g Cadmiumacetatdihydrat + 0,15 ml Eisessig, mit Wasser ad 100 ml) vermischt und mit Äthanol auf 100 ml aufgefüllt. — *b) Isolierung des Glycins durch Papierchromatographie.* Die oben erhaltene salzsaure Lösung wird zur Trockene eingedampft und der Rückstand in 0,3 ml Wasser aufgenommen. 30 μl davon werden auf Whatman-Papier Nr. 1 aufgetragen und mit n-Butanol-Äthanol-konz. Ammoniak-Wasser (4 : 4 : 1 : 3) nach der aufsteigenden Methode chromatographiert. Zum Vergleich wird Glycin mitlaufen gelassen. Man trocknet den Papierstreifen bei 80—100° C und besprüht mit 0,03%iger Ninhydrinlösung in Äthanol. Dann erwärmt man 5 min auf 50—60° C und schneidet die nur schwach angefärbten Glycinflecke aus. Die ausgeschnittenen Papierstückchen werden mit je 5 ml Ninhydrinreagens übergossen und nach 24 Std bei 500 mμ colorimetriert. Zur Herstellung des Ninhydrinreagenses werden 2,5 ml Ninhydrinlösung (wie oben) mit 4,0 ml Cadmiumacetatlösung (100 mg Cadmiumacetatdihydrat + 0,15 ml Eisessig, mit Wasser ad 100 ml) vermischt und mit Äthanol auf 100 ml aufgefüllt.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **109**, 329—335 (1959). Lebensmittelversuchsanst. und II. Chem. Inst., Univ. Wien. — [2] Kolthoff, I. M., u. H. Yutzy: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **9**, 75 (1937); vgl. diese Z. **113**, 452 (1938); siehe auch Kainz, G.: Mikrochem. **38**, 124 (1951); vgl. diese Z. **135**, 452 (1952). — [3] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **104**, 401 (1956); vgl. diese Z. **158**, 299 (1957).

G. Kainz

Für die Bestimmung von Phenkaptone-Rückständen auf Obst und Gemüse machen sich H. J. Hardon, H. Brunink und E. W. van der Pol[1] eine auf Thiole ansprechende Reaktion von B. Saville[2] zunutze. Phenkaptone [S-(2,5-Dichlorphenylthiomethyl)-OO-diäthylphosphorothiothionat] ist ein Acaricid mit oviciden Eigenschaften. Das nach alkalischer Hydrolyse gebildete 2,5-Dichlorthiophenol wird mit Brom in Eisessig behandelt, wobei sich Dichlorphenylsulfonylbromid bildet. Dieses reagiert mit Kaliumcyanid unter Bildung von Bromcyan, das sich in der Reaktion nach König mit Pyridin und Benzidin zum roten Dianil des Glutacondialdehyds umsetzt. Die Extinktion dieser Farblösung ist ein Maß für den Gehalt an Phenkaptone. — Zur Bestimmung wird das Material mit Petroläther in der Kälte extrahiert. Der Rückstand des Extraktes wird zur Entfernung störender Pflanzenwachse mit Acetonitril gelöst und heiß filtriert. Nach der alkalischen Hydrolyse treibt man das gebildete Thiol mit Wasserdampf über und fängt es in einer Vorlage in Methylenchlorid auf. Nach Zugabe von Eisessig und Quecksilberacetat wird das Lösungsmittel entfernt. Es schließen sich die Bromierung und die Reaktion nach König an. Die Extinktion wird bei 535 mμ gemessen. Die Empfindlichkeit wird mit 5 μg je 100 g Probenmaterial angegeben.

[1] Analyst **84**, 102—105 (1959). Keuringsdienst van Waren, Amsterdam (Holland). — [2] Chem. and Ind. **1956**, 660; vgl. diese Z. **155**, 293 (1957).

L. Acker

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Bei der Bestimmung geringer Sauerstoffgehalte in Natrium nach dem Amalgamverfahren[1–4] konnten W. Jahns und G. Weidmann[5] den hohen Quecksilberverbrauch auf ein Drittel herabsetzen, indem sie in Abänderung der bisherigen Technik das Natrium direkt in so viel Quecksilber eintauchen, daß kein festes Amalgam ausfällt. Die freiwerdende Wärme begünstigt den vollständigen Verlauf der Reaktion, die nach wenigen Sekunden beendet ist. Unter hochgereinigtem Stickstoff wird das Natrium durch eine Glasfritte in eine evakuierte Ampulle gedrückt (Abb. 1 a), die dann abgeschmolzen und an einen Glasstab angeschmolzen wird. In das ebenfalls sorgfältig luftfrei gemachte Amalgamiergefäß (Abb. 1 b) wird Quecksilber eingelassen, die Ampulle wird unter Quecksilber mit Hilfe des angeschmolzenen Glasstabes eingedrückt, so daß die Reaktion zwischen Quecksilber und Natrium erfolgen kann. Das Quecksilber wird durch eine enge Capillare abgelassen, Na_2O und andere in Quecksilber unlösliche Verunreinigungen bleiben im Reaktionsraum zurück, werden mit Wasser aufgenommen und mit Salzsäure titriert. Die Streubreite des vereinfachten Verfahrens ist mit ± 14 ppm Sauerstoff etwas geringer als in der amerikanischen Literatur angegeben.

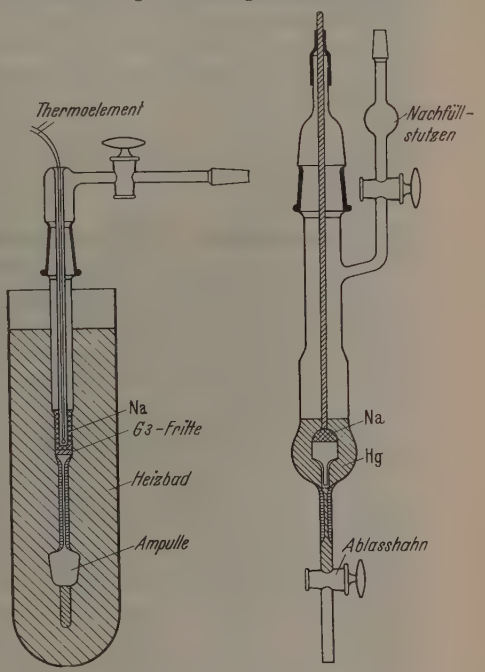

Abb. 1. a Filtriergefäß, Maßstab 1:4; b Amalgamiergefäß, Maßstab 1:5, nach Jahns und Weidmann

[1] Liquid Metals Handbook, Na-K-Supplement: AEC-Report TID 5277, 1955. — [2] Pepkowitz, L. P., u. W. C. Judd: Analyt. Chemistry **22**, 1283 (1950); vgl. diese Z. **138**, 158 (1953). — [3] Williams, D. D., u. R. R. Miller: Analyt. Chemistry **23**, 1865 (1951); vgl. diese Z. **138**, 158 (1953). — [4] Pepkowitz, L. P., W. C. Judd u. R. J. Downer: Analyt. Chemistry **26**, 246 (1954); vgl. diese Z. **144**, 210 (1955). — [5] Nukleonik **1**, 189—190 (1959).

S. Eckhard

Für die colorimetrische Siliciumbestimmung in der Zinkindustrie empfiehlt I. A. Sojterman[1] Schmelzaufschluß mit Na_2O_2, Bildung der Silicomolybdänheteropolysäure und Reduktion derselben zu Molybdänblau: In einen Eisentiegel werden eingewogen: bei $< 1\%$ SiO_2: 1 g Probe und 6 g Na_2O_2; bei 2—7% SiO_2: 0,5 g Probe und 3 g Na_2O_2; bei $> 7\%$ SiO_2: 0,25 g Probe und 3 g Na_2O_2. Man erhitzt langsam auf 650—700° C und beläßt die Schmelze 10 min bei dieser Temperatur. Nach Erkalten wird die Schmelze in kaltem Wasser gelöst und in einen 50 ml-Meßkolben übergeführt. Man versetzt mit 30 ml Schwefelsäure (1:1) (bei

6 g Na_2O_2) bzw. 15 ml (bei 3 g Na_2O_2) und füllt mit Wasser zur Marke auf. Von dieser Lösung werden 2 ml (bei 7—14% SiO_2) bzw. 5 ml (bei niederen Gehalten) in einen 100 ml-Meßkolben abpipettiert. Man versetzt mit Schwefelsäure (1:9) (die Lösung soll jetzt etwa 3 n an H_2SO_4 sein), sowie mit 15 ml Wasser und 10 ml 5%iger Ammoniummolybdatlösung. Nach 5 min gibt man zu dieser Lösung 45 ml Schwefelsäure (1:4) sowie 20 ml einer 5%igen Lösung von Mohrschem Salz in 0,485 n Schwefelsäure und füllt mit Wasser zur Marke auf. Nach 5 min wird unter Verwendung eines Rotfilters der SiO_2-Gehalt an Hand einer Eichkurve colorimetrisch bestimmt. Zur Bestimmung der säurelöslichen Kieselsäure wird 1 g der Probe auf der Schüttelmaschine 45 min mit 100 ml 1,5%iger Schwefelsäure geschüttelt und anschließend im Meßkolben auf 500 ml mit Wasser aufgefüllt. Nach Absitzen der ungelösten Teilchen wird wie oben weiter verfahren.

[1] Zavodskaja Laborat. **25**, 418 (1959) [Russisch]. Elektrolyt. Zinkwerk, Čeljabinsk (UdSSR). H. Wunderlich

Zur spektrochemischen Analyse von Aluminium oder Aluminiumlegierungen empfiehlt J. Haaland[1] einen Gleichstrombogen von 12 Amp., um Schwierigkeiten der Elektrodenform und des Gefüges, die sich besonders bei metallurgischen Untersuchungen einstellen, zu umgehen. 3 mg, durch ein 50 mesh-Sieb gesiebtes Aluminiumpulver werden dazu in eine hinterdrehte Graphitbecherelektrode mit 1,5 mm ⌀ und 4 mm tiefer Bohrung gefüllt und 2,5 min anodisch abgebrannt. Als Einfüllhilfe benutzt der Verf. einen kleinen aufsetzbaren Kunststofftrichter. Zur Lichtzerlegung dient ein 3,4 m-Wadsworth-Gitterspektrograph (15000 Linien/Zoll, 5,2 Å/mm lineare Dispersion). Die Spaltbreite beträgt 50 μ. Die Lichtquelle wird von einem Kondensor auf eine Blende abgebildet, die nur das mittlere Drittel der Bogensäule durchläßt. Das so erhaltene Zwischenbild wird dann durch zwei Zylinderlinsen mit gekreuzten Achsen derart abgedildet, daß die horizontale Fokussierung auf dem Eintrittsspalt liegt und so eine gleichmäßige Ausleuchtung des Spaltes gewährleistet ist und die zweite unmittelbar vor dem Spalt aufgestellte Zylinderlinse vertikal in die Ebene der Aperturblende fokussiert. Der Verf. benutzt als Referenzlinie die Al-Linie 3050,08 Å und die folgenden Analysenlinien in Angström-Einheiten in den angegebenen Konzentrationsbereichen in Prozenten, wobei durch Drahtnetzfilter die einfallende Intensität auf 6% abgeschwächt worden ist. *Eisen 2599,40 (0,03—2), Silicium 2506,90, (0,03—2), Nickel 3050,82 (0,01—2),* und *2992.60 (0,2—10), Mangan 2801,06 (0,01—1), Chrom 2835.63 (0,05—2), Titan 3372,80 (0,01—0,5), Kupfer 3273,96 (0,001—0,2), Zinn 3175,02 (0,02—2), Blei 2833,07 (0,02—1), Antimon 2877,92 (0,05—5), Calcium 3179,33 (0,03—2)* und *Zink 3345,02 (0,05—5).*

[1] Spectrochim. Acta (London) **1959**, 276—280. Joint. Establ. Nuclear Energy Res., Kjeller (Norwegen). F. Rosendahl

Eine gravimetrische Aluminiumbestimmung als Natriumfluoroaluminat beschreibt H. W. Pender[1]. Die Methode eignet sich gut für *Aluminiumbestimmungen in Titanlegierungen*, die außerdem Mn, V, Sn, Pb, Zr, Cr, Fe, Cu oder Mo enthalten. Man löst die Probe in Flußsäure, oxydiert mit Wasserstoffperoxyd, fällt mit Natriumfluorid und wägt als Doppelsalz $11\,NaF \cdot 4\,AlF_3$. (Der Verf. weist darauf hin, daß sehr wahrscheinlich auch der natürliche Kryolith nicht die exakte Zusammensetzung $3NaF \cdot AlF_3$ besitzt. Das Fällungsprodukt besitzt aber eine tetragonale Struktur im Gegensatz zum monoklinen Kryolith). — *Ausführung.* Man wägt die Probe (1 g bei 1—7% Al bzw. 0,5 g bei 7—10% Al) in eine 125 ml-Platinschale, löst in 25 ml Wasser und 2—3 ml 49%iger Flußsäure, oxydiert durch tropfenweise Zugabe von 30%iger Wasserstoffperoxydlösung (bei Molybdän-Anwesenheit mit

Permanganat), setzt nochmals 2—3 ml Flußsäure zu und entfernt den Peroxydüberschuß durch Kochen. Man verdünnt mit Wasser auf 60 ml, setzt 30 ml 2%ige Natriumfluoridlösung zu, rührt und zentrifugiert in 40 ml-Zentrifugengläsern in Anteilen. Man wäscht die Fällung mit 35—40 ml Wasser in die Platinschale zurück, kocht, setzt nochmals 30 ml 2%ige NaF-Lösung zu, trocknet das Zentrifugenglas bei 125—130° C und zentrifugiert wie oben. Die Fällung wird durch Zentrifugieren mit 3 Portionen von 30 ml 0,5%iger NaF-Lösung gewaschen, bei 125—130° C 1 Std lang getrocknet, im Exsiccator abgekühlt und als $11\,NaF \cdot 4\,AlF_3$ gewogen.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1107—1109 (1959). Chase Brass and Copper Co., Inc., Waterburg, Conn. (USA). KLAUS BRODERSEN

Ein Verfahren zur Bestimmung von 0,5—150 μg Aluminium in Thoriumoxyd, das Korrosionsprodukte von Stahl enthält, beschreiben G. GOLDSTEIN, D. L. MANNING und O. MENIS[1]. Das Aluminium wird dabei zunächst mit einer 0,5 m-Lösung von *Theonyltrifluoraceton* in 4-Methyl-2-pentanon (Hexon) von anderen Elementen durch Extraktion befreit, anschließend durch Behandlung mit 2%iger *8-Oxychinolinlösung* in 1 m Essigsäure unter Zusatz von Wasserstoffperoxyd, Natriumcyanid und Nitrilotriessigsäure und nachfolgende Extraktion des Aluminiumoxinates in Chloroform von weiteren Verunreinigungen abgetrennt, und schließlich fluorimetrisch oder spektralphotometrisch bestimmt. Enthält das aluminiumhaltige Thoriumdioxyd auch Mangan oder Kobalt, so muß nach Zusatz von 2%iger wäßriger Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung mit Chloroform extrahiert werden. — *Ausführung.* 0,1 g Probe löst man in 20 ml Salpetersäure (1:1), die einige Tropfen Flußsäure enthält, setzt 3 ml 72%ige Perchlorsäure zu, erhitzt bis zur Nebelbildung, kühlt ab, versetzt mit 5 ml Wasser und 8 ml 50%iger Ammoniumacetatlösung, bringt den p_H-Wert der Lösung mit Perchlorsäure auf 1,5, verdünnt mit Wasser auf 25 ml und extrahiert in 10 ml 0,5 m Theonyltrifluoracetonlösung in Hexon durch 5 min langes Rühren. Die wäßrige Phase wird nochmals mit 10 ml extrahiert, mit 10 ml reinem Hexon gewaschen, auf 75 ml verdünnt, mit 5 ml neutraler 0,2 m Nitrilotriessigsäurelösung, 2 ml 3%iger Wasserstoffperoxydlösung, 2 ml Acetatpufferlösung vom p_H 8 (200 g NH_4CH_3COO + 70 ml konz. Ammoniak mit Wasser auf 1 l verdünnt) und 2 ml 2%iger Oxinlösung versetzt, mit Ammoniak (1:1) auf p_H 8 gebracht und 2mal mit je 20 ml Chloroform extrahiert. Man vereinigt die Chloroformextrakte in einem 50 ml-Meßkolben, der 1 g wasserfreies Natriumsulfat enthält, füllt mit Chloroform zur Marke auf und photometriert bei 390 mμ gegen eine gleichbehandelte, aluminiumfreie Probe in 1 cm-Zellen. — *Bei Anwesenheit von Nickel, Zink und Cadmium* wird die Lösung des Aluminiumoxinates im Chloroform mit 100 ml alkalischer Cyanidlösung (40 g NH_4NO_3 + 20 g KCN + 10 ml Ammoniak auf 1 l verdünnt) gewaschen durch 2 min langes Schütteln im Scheidetrichter. Sonst verfährt man wie oben. — *Anwesenheit von Mangan und Kobalt. 1. Wenn Titan vorhanden ist,* setzt man nach der Extraktion mit Hexon 2 ml 2%ige Diäthyldithiocarbaminatlösung zur wäßrigen Phase, bringt den p_H-Wert der Lösung auf 9 und extrahiert mit 20 ml Chloroform 2 min lang. Sonst arbeitet man wie oben angegeben. — *2. Wenn kein Titan vorhanden ist,* arbeitet man wie unter 1, bringt den p_H-Wert der Lösung jedoch auf 1,5 und extrahiert dann mit 20 ml Chloroform. Die wäßrige Phase wird hier auf 75 ml verdünnt, mit 5 ml 0,2 m Nitrilotriessigsäurelösung und genügend Acetatpufferlösung (siehe oben) versetzt, bis die Lösung 1 m an Acetat ist. Der p_H-Wert wird jetzt auf 5 eingestellt und wie oben das Aluminiumoxinat extrahiert.

[1] Talanta (London) **2**, 52—60 (1959). Nat. Lab. Oak Ridge, Tenn. (USA).
KLAUS BRODERSEN

Das Lösen von Uranmetall und seinen Legierungen behandelt eine ausführliche Zusammenfassung von R. P. Larsen[1] unter besonderer Berücksichtigung der mit dem Lösen verbundenen Gefahren. Metallisches Uran verhält sich in mancher Beziehung dem Magnesium ähnlich (starke Reaktion mit Säuren), ist in feiner Verteilung extrem pyrophor und kann beim Lösen in Salpetersäure (vor allem bei Anwesenheit von Zirkonium oder Niobium) zu heftigen Explosionen führen. Die wesentlichen Angaben sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt.

Tabelle

	HNO_3	Königswasser	HNO_3-HF	HCl + Oxydationsmittel	HCl-ÄthOAc	Br_2-ÄthOAc	NaOH-H_2O_2
U	+	+	+	+	+	+	+
U—Zr	—	—	+	—	—	+	—
U—Nb	—	—	+	—	—	+	+
U—Fe	+	+	+	+	+	+	—
U—Cr	—	—	—	+	+	+	—
U—Ru	—	+	—	—	—	—	—
U—Mo	—	+	—	+	—	+	+
U[a]	—	+[b]	—	—	—	—	—
U—Si[c]	+		+				
U—Pu	+[d]	+	—	+	+	+	—

[a] Legierungen mit 1—3% Zr, Mo, Ru, Rh, Pd und Ce; [b] Zum Lösen des Zr muß Fluorid zugesetzt werden; [c] HNO_3 hinterläßt einen SiO_2-Rückstand und HNO_3—HF kann zu Si-Verlusten führen; [d] Pu löst sich nicht gut in HNO_3, besser in HCl. + = löst sich; — = unbefriedigend.

Es sind nur Legierungen mit Uran als Hauptbestandteil besprochen. *Reaktorbrennstoffe*, die nur wenig Uran enthalten (z. B. *rostfreie Stähle*, *Zirkonium*, *Aluminium*, *Wismut* u. a.) lassen sich meist mit den Mitteln auflösen, die auch für das unlegierte Matrixelement geeignet sind.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 545—549 (1959). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA). E. Bankmann

Die flammenphotometrische Bestimmung von Natrium-, Kalium- und Calciumspuren in Wolframmetall und Wolframoxyden gelingt nach A. J. Hegedüs, J. Neugebauer und M. Dvorszky[1], wenn man das stark störende Wolfram zunächst mittels Tetrachlorkohlenstoff vollständig verflüchtigt. In der beschriebenen Apparatur können mittels eines mit Tetrachlorkohlenstoff gesätt. Luftstromes (Geschwindigkeit 20 l/Std) bei 600° C in 30—60 min 2—3 g Wolframoxyd verflüchtigt werden, wenn jede Spur von Feuchtigkeit ausgeschlossen wird. Der Luftstrom passiert zunächst ein Absorptionsrohr mit Kaliumhydroxyd und Wolframwerg, dann eine mit Tetrachlorkohlenstoff und Chinoin beschickte Frittenwaschflasche. Die mit Tetrachlorkohlenstoff gesätt. Luft wird über Phosphorpentoxyd getrocknet und tritt dann in das 700 mm lange und außen 25 mm weite Reaktionsrohr aus Duranglas über einen Schliffstopfen ein. Das Reaktionsgemisch passiert zwei Waschflaschen mit Wolframwerg und Watte bzw. 10%iger Natronlauge. Zur Verflüchtigung wird zunächst das auf der Eintrittsstelle noch offene Rohr auf 600° C geheizt und unter Durchsaugen von Außenluft getrocknet. Dann wird das Schiffchen mit 2—5 g Wolframoxyd eingebracht und unter Durchsaugen von Außenluft wieder auf 600° C geheizt. Nach 15 min kühlt man auf 200° C, verbindet

das Rohr mit den vorgeschalteten Geräten und bringt unter Durchleiten des mit Tetrachlorkohlenstoff gesätt. Luftstromes im Verlauf von 15 min wieder auf 600° C. Ist keine Substanz mehr zu beobachten, so wird noch 10 min weitererhitzt und das Schiffchen dann in einen Exsiccator gestellt. Bei der Verflüchtigung mehrerer Proben ist darauf zu achten, daß sich keine Verflüchtigungsprodukte an der Innenwand des Rohres absetzen. Nach Verflüchtigung von 6—8 g Wolframoxyd muß das Rohr gewechselt und gesäubert werden. — *Natriumbestimmung.* Der Verflüchtigungsrückstand im Schiffchen wird mit 0,5 ml konz. Salzsäure benetzt, auf dem Wasserbad eingetrocknet, mit 5 ml 0,1 n Salzsäure aufgenommen, mit einem Quarzstäbchen durchgerührt und die Lösung direkt aus dem Schiffchen zerstäubt. Die Messung wird nach der Kalibrationsmethode mit Hilfe eines Jenaer SIF-589a-Interferenzfilters im Zeiß-Flammenphotometer, Modell III, ausgeführt. Natriumverluste sind während der Verflüchtigung bei 600° C nicht zu befürchten. Als Schiffchenmaterial ist Duranglas oder Quarz gleich gut geeignet, Platin verursacht Minusfehler von 18%, Silber, Gold oder Molybdän werden vom Reaktionsgas angegriffen. Die erhaltenen Natriumwerte nehmen mit steigender Einwaage ab. Bei der Verflüchtigung dürfen keine Wolframverbindungen zurückbleiben, weil durch deren Flammenfärbung zu hohe Ergebnisse vorgetäuscht würden. Verunreinigungen des Wolframs können die Verflüchtigung bedeutend erschweren. Die Natriumgehalte der Reagentien und des Wassers müssen beachtet werden. Filtrationen sollen unterbleiben, da Filterpapier Na^+ adsorbiert. — Für die *Kaliumbestimmung* muß die Verflüchtigung des Wolframs etwas abgeändert werden. Duranglasschiffchen sind vollkommen ungeeignet, da Ionenaustausch zwischen K^+ und Na^+ stattfindet. Quarzglasschiffchen können nur dann verwendet werden, wenn die Verflüchtigungstemperatur unter 450° C bleibt, für die Sublimation wird dann aber die doppelte Zeit benötigt. Für die flammenspektralanalytische Bestimmung wird ein Jenaer SIF-786a-Interferenzfilter verwendet. — Bei der *Calciumbestimmung* hat das Schiffchenmaterial keinen Einfluß. Jedoch erhält man ab einer bestimmten Einwaage auch dann keine guten Ergebnisse, wenn die Verflüchtigung länger als 1 Std dauert. Der Grund dafür ist der mit der Einwaage steigende Siliciumdioxydgehalt. — Mit dem Verfahren können zwar Natrium-, Kalium- und Calciumspuren in einem Trennungsgang, aber nur in reinem Wolframmetall oder Wolframoxyd flammenspektralanalytisch bestimmt werden. Eine allgemeine Vorschrift anzugeben ist noch nicht möglich.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 282—293. Forschungsinst. nachrichtentechn. Ind., Tungsram, Budapest (Ungarn). R. Ellmer

Für die turbidimetrische Bestimmung von Phosphorspuren in Wolfram und anderen Metallen als 3-Strychnin-1-phosphor-12-molybdat geben A. J. Hegedüs und M. Dvorszky[1] eine ausführliche *Vorschrift.* Man löst 1 g WO_3 (metallisches Wolfram wird vorher zu WO_3 oxydiert oder mit 10%igem Wasserstoffperoxyd gelöst) und 0,6 g Na_2CO_3 unter Erwärmen in 10 ml Wasser, neutralisiert nach dem Abkühlen mit Salzsäure gegen Phenolphthalein, versetzt mit 10 ml 10%igem Ammoniak, 2 g NH_4Cl, 10 ml Natriumarsenatlösung (3 mg As/ml) und unter Rühren langsam mit 10 ml $MgCl_2$-Lösung (10 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ + 5 g NH_4Cl in 100 ml) und verdünnt auf 50 ml. Am besten läßt man über Nacht stehen, filtriert (G4), wäscht mit etwa 50 ml 1%igem Ammoniak, löst den Niederschlag in 10 ml 20%iger Salzsäure und wäscht den Filtertiegel mit 5 ml 20%iger und anschließend mit 5 ml 10%iger Salzsäure. Das Filtrat versetzt man mit 5 ml 80%iger Ameisensäure und 5 ml 24%iger Bromwasserstoffsäure, dampft ein, löst den Rückstand in einer Mischung aus 8 ml 20%iger Salzsäure + 1 ml 24%iger Bromwasserstoffsäure + 1 ml 80%iger Ameisensäure und bringt wieder zur Trockne. Die Operation

kann wiederholt werden. Zum Schluß durchfeuchtet man den Rückstand mit 0,5 ml konz. Salpetersäure und trocknet wieder, wobei die Bromide zersetzt werden. Den Rückstand löst man in 3,7 ml 8 n Salpetersäure, läßt im Wasserbad bei 20° C stehen, gibt nach 15 min 2,5 ml einer 20° C warmen Strychninmolybdänsäurelösung (siehe unten) hinzu, verdünnt mit Wasser von 20° C im Meßkolben auf 25 ml und läßt 1 Std bei 20° C stehen. Die Messung der Extinktion führt man bei 530 mμ gegen eine ebenso behandelte Lösung durch, die in 25 ml 2,5 ml Strychninmolybdänreagens und 3,7 ml 8 n Salpetersäure enthält. — Das Verfahren kann auch zur *Bestimmung von Phosphor in Cu, Ag, Mg, Cr, Mo, Mn, Co und Ni* dienen. — Zur Darstellung des *Strychninmolybdänsäurereagenses* versetzt man 7,2000g MoO_3 und 2,2631 g Na_2CO_3 mit 80 ml Wasser, erwärmt bis alles gelöst ist, vermischt nach dem Abkühlen mit 130,3 ml 8 n Salpetersäure und 20 ml 2%iger Strychninnitratlösung und verdünnt im Meßkolben auf 250 ml. Nach einem Tag filtriert man in eine braune Flasche.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 202—209. Forsch.-Inst. f. d. nachrichtentechn. Ind., Tungsram, Budapest (Ungarn). G. Denk

Eine coulometrische Methode zur Bestimmung von Schwefel in Ferrosilicium (0,001% S) haben L. E. Hibbs und D. H. Wilkins[1] ausgearbeitet. — *Vorschrift.* Die Probe wird unter Zusatz von 1 g Zinn als Flußmittel in üblicher Weise mit Sauerstoff (0,8 l/min) in 5—7 min verbrannt, das gebildete Gas in 20 ml Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung (1 g/l) absorbiert. Die Lösung wird dann direkt in eine angeschlossene Coulometrierzelle (125 ml) eingelassen, die bereits 80 ml 2 n Salzsäure mit Kaliumbromid (0,1 m) enthält und der zweckmäßig 5 ml Jodlösung (20 mg KJ/l) zugesetzt werden. Es kann dann mit elektrolytisch entwickeltem Brom und mit Hilfe zweier Platinelektroden als Indicator titriert werden. Die Absorption läßt sich ebensogut in Wasser vornehmen und die Lösung nach Zufließen zur Salzsäure-Bromid-Jodid-Lösung mit elektrolytisch erzeugtem Jod direkt titrieren. Die Genauigkeit der Ergebnisse hängt deutlich vom bei der Verbrennung verwendeten Tiegelmaterial ab. Der durch Zirkonerdetiegel eingeführte Fehler liegt bei 0,001—0,002% S. Beste Ergebnisse werden in Mullit-Tiegeln erhalten, in denen Proben von 1—1,5 g Ferrosilicium mit weniger als 0,001% S bei der coulometrischen Analyse mit 0,2—1,0 Milliamp. einen mittleren Fehler von 0,00014% ergaben, wenn indirekt mit Brom titriert wurde.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **20**, 344—352 (1959). General Electric Comp., Schenectady, N. Y. (USA). K. Cruse

Stahl. W. W. Houk und L. Silverman[1] schlagen vor, die *Eisen-, Chrom- und Nickelgehalte rostfreier Stähle* röntgenspektrometrisch aus Lösungen heraus zu bestimmen, um so durch die Verdünnung Einflüsse wechselnder Zusammensetzung weitgehend auszuschalten und von einer exakten Präparation der Probenoberfläche entbunden zu sein. — *Arbeitsweise.* 0,5 g rostfreier Stahl werden in 10 ml Salpeter-Salzsäuregemisch unter Hinzufügen einiger Tropfen Flußsäure und 8 ml Perchlorsäure gelöst. Die Lösung wird bis zum Auftreten dichter Perchlorsäuredämpfe eingedampft, abgekühlt und mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt. Ungefähr 10 ml dieser Lösung werden in Probenhalter für Lösungen eines Norelco-Fluorescenzspektrometers mit Wolframröhre (50 kV, 40 Milliamp.) und Lithiumfluoridkristall gegeben. Die Intensitäten der $K\alpha$-Linien der drei Elemente werden entweder mit einem Argon-Geiger-Zähler gegen den Untergrund bei 0,6 Å gemessen oder mit einem Scintillationszähler (850 V Betriebsspannung) gegen den Untergrund bei $2\Theta = 68{,}5°$ gemessen. Außerdem stand den Verff. ein Differentialdiskriminator in Verbindung mit dem Scintillationszähler zur Verfügung, dessen untere Schwelle auf 7 V und

dessen Kanalbreite auf 20 V eingestellt war. Während die Verwendung eines Scintillationszählers eine Verbesserung der Genauigkeit und Nachweisempfindlichkeit gegenüber dem Geiger-Zähler bringt, steigert der nachgeschaltete Diskriminator nochmals die Nachweisempfindlichkeit, so daß *0,01 mg Fe/ml*, *0,009 mg Cr/ml* und *0,004 mg Ni/ml* noch gemessen werden können. Die Verff. untersuchen den Einfluß der Säurekonzentration auf das Ergebnis und teilen mit, daß bei reproduzierbarer Probenvorbereitung keine Störungen auftreten. Es werden Standardabweichungen von ungefähr 1% relativ bezogen auf den Sollwert der Probe als Mittelwert erzielt. Eine *Chrom-Nickellegierung* konnte mit gutem Erfolg nach den für Stahl aufgestellten Eichkurven analysiert werden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1069—1072 (1959). Atomics Internat., Inc., Canoga Park, Calif. (USA). F. Rosendahl

Magnesiumoxyd in Silicaten bestimmen W. Bodenheimer und M. Gaon[1] indirekt aus dem Phosphorgehalt der Magnesiumammoniumphosphatfällung photometrisch nach R. E. Kitson und M. G. Mellon[2]. Die zu hohen gravimetrischen Werte bei einmaliger Fällung werden auf die teilweise Bildung von Magnesiumnatriumphosphat zurückgeführt, die das Verhältnis MgO/P_2O_5 jedoch nicht verändert. Der störende Einfluß von Ammoniumoxalat läßt sich durch größere Phosphatreagenszugabe ausschalten. Es sind so noch MgO-Mengen unter 1 mg fäll- und bestimmbar. Der mit Ammoniak (1:3) gewaschene Niederschlag wird in verd. Salpetersäure gelöst und mit geeigneten Mengen Vanadomolybdatreagens[2] versetzt (1,25 g Natriumvanadat in 400 ml Salpetersäure (1:1) lösen, zu 50 g Ammoniummolybdat in 450 ml Wasser geben und auf 1 l verdünnen). Gemessen wird bei 410—460 mμ (Klett-Sumerson). Der Reagentienblindwert wird berücksichtigt. Die Methode wird an einer Standardlösung von 168,8 mg KH_2PO_4 im Liter, entsprechend 50 μg MgO/ml überprüft, die Ergebnisse werden mit komplexometrisch sowie gravimetrisch erhaltenen Werten verglichen.

[1] Bull. Res. Council Israel, A, **7**, 117—120 (1958). Geolog. Survey, Jerusalem (Israel). — [2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **16**, 379 (1944). E. Bankmann

Zur Vermeidung von Fehlern bei der Bestimmung von freiem Quarz in Erzstaub nach der Pyrophosphorsäuremethode[1] empfiehlt N. I. Stognij[2], die Filterwatte zur Befreiung von Alkali- und Erdalkalisilicaten zuvor 12 Std mit 100 ml Salzsäure (1:4) und 10 ml konz. Flußsäure zu behandeln, danach mit Wasser gut auszuwaschen und zu trocknen. Des weiteren empfiehlt Verf. den auf dem Wattefilter gesammelten Quarz 5—7 min mit 25 ml Salzsäure (D 1,19) zu erwärmen. Die erhaltene Lösung wird durch ein dichtes Filter filtriert und der Rückstand mit heißem, salzsaurem Wasser (1:25) und dann 5—6mal mit kaltem Wasser gewaschen. Das Filter wird verascht und der Rückstand bei maximal 500° C geglüht.

[1] Talvitie, N. A.: Analyt. Chemistry **23**, 623 (1951); vgl. diese Z. **135**, 77 (1952). — [2] Zavodskaja Laborat. **25**, 420 (1959) [Russisch]. Berghütteninst. Krivorog (UdSSR). H. Wunderlich

Mangan in Erzen, Stählen und anderen Proben läßt sich nach C. O. Ingamells[1] volumetrisch mit Eisen(II)-salzlösungen bestimmen, wenn man vorher in Phosphorsäurelösung, die Pyrophosphat enthält, mit Salpetersäure zu Mangan(III) oxydiert hat. Die neue Methode arbeitet schneller und genauer als die von J. J. Lingane und R. Karplus[2]; sie wird nur bei Anwesenheit von Vanadium gestört. — *Ausführung.* Man löst die Probe in Salpetersäure, setzt 10 ml 85%ige Phosphorsäure und für je 40 mg vorhandenes Mangan(II)-oxyd weitere 15 ml zu, gibt 5 ml Salpetersäure (1:1) zu und dampft auf einer Heizplatte so ein, daß gerade noch kein

Sieden eintritt. Wenn das Volumen dem der eingesetzten Phosphorsäure etwa entspricht, fügt man 5—6 g Natriumpyrophosphat für je 20 ml zugesetzte Phosphorsäure zu und erhitzt weiter bis alle Salpetersäure entfernt ist. Die Lösung erreicht dabei eine Temperatur von 145° C. Schließlich setzt man nochmals 1 ml Salpetersäure (1:1) zu, erhitzt 10—15 min, läßt abkühlen, verdünnt mit Wasser ($^1/_4$ des vorhandenen Volumens), kühlt wiederum ab, verdünnt schließlich so, daß die Lösung 20% Phosphorsäure enthält und titriert mit 0,1 n oder 0,02 n Eisen(II)-ammoniumsulfatlösung in 5%iger Schwefelsäure unter Verwendung einer 0,2%igen wäßrigen Lösung von Bariumdiphenylaminsulfonat oder einer 1%igen Lösung von Diphenylamin in konz. Schwefelsäure als Indicator. — Die Salpetersäure muß durch Kochen von niederen Stickoxyden befreit werden. — *Silicate*, die man durch etwa 2stündiges Erhitzen mit Phosphorsäure auf 200° C lösen kann, werden vorher auf 115 mesh zerkleinert. *Stähle* löst man vor der Phosphorzugabe in Salpetersäure. *Eisen-* oder *Manganerze* erfordern die Verwendung von Salzsäure zum Lösen. Zu ihrer Entfernung verwendet man entweder wiederholtes Kochen mit Salpetersäure oder das Abrauchen mit Perchlorsäure vor der Zugabe von Phosphorsäure. — Chlorid oder Perchlorat in Anwesenheit von Nitrat können falsche Resultate ergeben. Ist viel Chrom vorhanden und hat man Perchlorsäure zur Oxydation verwendet, sollte nicht viel Sulfat vorhanden sein, da sonst unlösliches $Cr_2(SO_4)_3$ ausfällt, das — möglicherweise durch Mitfällen von Mangan — zu niedrige Resultate verursacht.

[1] Talanta (London) **2**, 171–175 (1959). Univ. Minneapolis, Minn. (USA). — [2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 191 (1946); vgl. diese Z **128**, 338 (1948).

Klaus Brodersen

Die Bestimmung geringer Schwefelgehalte in nichtolefinischen Kohlenwasserstoffen führt L. Granatelli[1] durch, indem die Substanz mit Raney-Nickel behandelt wird. Hierbei wird der Schwefel zu Schwefelwasserstoff reduziert; dieser wird nach Ansäuern abdestilliert und mit einer empirisch geeichten Quecksilberacetatlösung unter Verwendung von Dithizon als Indicator titriert. — *Raney-Nickel.* 0,3–0,6 g einer Raney-Nickel/Aluminiumlegierung werden in einem Rundkolben mit Gaseinleitungsrohr mit 10 ml 2,5 n Natronlauge versetzt und leicht geschüttelt. Nach Abklingen der Gasentwicklung werden an der Gefäßwand hängende Teilchen mit etwas Wasser abgespült. Dann läßt man den Kolben mit Inhalt über Nacht „aktivieren". Danach dekantiert man ab, wäscht dreimal mit je 5 ml Wasser nach und läßt unter 10 ml Propanol-2 stehen. — *Quecksilberacetatlösung* (empirischer Faktor: 1 ml ≙ 100 μg S): 1,3 g HgO (getrocknet) werden in 50 ml Wasser unter Zusatz von 2 ml Eisessig gelöst und mit Wasser auf 2 l aufgefüllt. Der empirische Titer wird an Hand von Eichproben bestimmt. (100—1000 μg S werden in iso-Octan gelöst und wie beschrieben behandelt.) — *Arbeitsvorschrift.* Das im Kolben befindliche Raney-Nickel wird durch Dekantieren vom Isopropanol getrennt, die abgewogene Probe hinzugefügt und mit 5 ml Isopropanol nachgespült. Der Kolben wird mit Tropftrichter und einem Gasableitungsrohr, das als Schlange in einem Reagensglas endet, versehen und unter Durchleiten von Stickstoff so erwärmt, daß nach 10—15 min die ersten Gasblasen von der Oberfläche des Raney-Nickels aufsteigen. Die Vorlage wird mit 10 ml 1 n Natronlauge, 10 ml Aceton und 2 Tr. 0,1%iger acetonischer Dithizonlösung beschickt und durch einen Stickstoffstrom entlüftet. Nach etwa 30 min füllt man in den Tropftrichter 10 ml 1,5—1,0 n Salzsäure und läßt diese (unter N_2) zu der Lösung tropfen. Dann erwärmt man so, daß der Kolbeninhalt am leichten Sieden gehalten wird. Nach 15—20 min wird der in der Vorlage absorbierte Schwefelwasserstoff durch Titration (bis zur bleibenden Rosafärbung) mit Quecksilber(II)-acetatlösung bestimmt. Ein Blindwert

wird unter gleichen Bedingungen ermittelt. — Die nach dieser Methode erhaltenen Analysenergebnisse zeigen Fehler, welche bei Schwefelgehalten zwischen 100 und 375 ppm 1—5 ppm, bei Gehalten zwischen 10 und 100 ppm etwa 1 ppm und bei Gehalten zwischen 1,0 und 10 ppm 0,1—0,2 ppm betragen. Olefine stören sehr.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 434—436 (1959). Amer. Oil Co., Texas City, Tex. (USA).
H. WUNDERLICH

Schwefelspuren in Naphtha im Bereich 1—400 ppm bestimmen R. W. KLIPP und J. E. BARNEY II[1] im Anschluß an die Verbrennung (ASTM lamp combustion apparatus) spektralphotometrisch durch Absorptionsmessung der aus Bariumchloranilat freigesetzten Chloranilsäure bei 530 oder 330 mμ. Bei beiden Wellenlängen ist die Extinktion der Sulfatkonzentration proportional. — *Ausführung.* 10 g einer Naphthaprobe werden verbrannt und die Verbrennungsprodukte in 1,5%iger Wasserstoffperoxydlösung aufgefangen. Man dampft die Absorptionslösung weitgehend ein, überführt sie dann in einen 100 ml-Meßkolben, versetzt mit 10 ml Natriumacetat-Essigsäurepuffer (je 0,1 molar) und 50 ml Äthylalkohol und füllt mit entionisiertem Wasser (Amberlite MB-3) zur Marke auf. Dann fügt man 0,3 g Bariumchloranilat zu und schüttelt während 15 min immer wieder. Sodann wird filtriert (Whatman Nr. 42) und die Extinktion des Filtrats innerhalb von 2 Std gegen gleichzeitig mitangesetzte Blindlösung gemessen. Den Schwefelgehalt entnimmt man 2 auf die gleiche Weise mit bekannten Schwefelsäuremengen erhaltenen Eichkurven (530 mμ, 40—400 ppm; 330 mμ, 0—40 ppm). Die Methode wird mit turbidimetrischen Messungen überprüft. Die Übereinstimmung ist ausgezeichnet. Die Erfassungsgrenzen sind 1 μg Schwefel bei 330 mμ, 18 μg bei 530 mμ und 4 μg nach der turbidrimetrischen Methode. Der meßbare Konzentrationsbereich ist bei der vorgeschlagenen photometrischen Methode jedoch größer, was bei Proben mit unbekanntem Schwefelgehalt von Vorteil ist.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 596—597 (1959). Standard Oil Co. (Indiana), Whiting Ind. (USA).
E. BANKMANN

Über eine quantitative röntgenspektrometrische Nickelbestimmung in Ölen, die gegenüber spektrographischen oder anderen Methoden den Vorteil besitzt, daß keine vorherige Veraschung notwendig ist und damit Zeit gewonnen wird und Verluste durch leichtflüchtige organische Nickelkomplexe vermieden werden, berichten C. W. DWIGGINS jr. und H. N. DUNNING[1]. Als inneren Standard geben die Verff. 0,174 Gew.-% eines von den National Spectrographic Laboratories bezogenen organischen Kobaltkompexes, der 6% Metall enthält, zu den Ölproben und bestimmen mit einem Norelco-Spektrometer in Heliumatmosphäre (Strömungsgeschwindigkeit 1 l/min) mit Lithiumfluoridkristall, einer Machlett OEG-50-S-Wolframröhre (40 kV, 30 Milliamp.) und Geiger-Zähler die Intensitäten der $K\alpha$-Linien von Nickel und Kobalt sowie des Untergrundes zwischen den beiden Linien. Für den Geiger-Zähler wird eine Totzeitkorrektur durchgeführt. Die Probe befindet sich in einem wassergekühlten Probenhalter und wird auf 10° $\pm$ 2° C konstant gehalten, um Dichteschwankungen und Verdunstungsverluste zu vermeiden. Die Verff. untersuchen den Matrixeffekt und zeigen, daß die Gegenwart von 50 Gew.-% Chloroform keinen Einfluß hat. Ebenso ergibt die Gegenwart von 100 ppm Eisen keine merkliche Störung, obwohl zwischen der Nickel- und Kobalt-$K\alpha$-Linie eine Eisenabsorptionskante liegt. Es wird eine Reproduzierbarkeit von 0,6% und eine Genauigkeit von 3% relativ angegeben.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1040—1042 (1959). Bureau of Mines Petroleum Exp. Station, Bartlesville, Okla. (USA).
F. ROSENDAHL

Zur spektrophotometrischen Bestimmung von o- und p-Toluolsulfamid nebeneinander in technischen Produkten kann man nach K. Kámen und L. Oplištil[1] die von ihnen festgestellte Tatsache benutzen, daß die wäßrigen Lösungen von o- und p-Toluolsulfamid in verdünnter wäßriger Ätznatronlösung unterschiedliche Lichtabsorption im UV-Bereich bei 248,0 mμ und bei 274,4 mμ aufweisen. Die Extinktionswerte dieser Lösungen erfüllen im Konzentrationsbereich von 0,0—0,2 g/l das Lambert-Beersche Gesetz und sind in Gemischen beider Substanzen additiv. Falls keine absorptionsstörenden Stoffe in der zu untersuchenden technischen Probe vorhanden sind, kann der Gehalt der Probe an beiden Substanzen nebeneinander aus den gemessenen Extinktionswerten bei den angeführten Wellenlängen rechnerisch ermittelt werden. — *Ausführung.* Man löst 0,2 g des zu untersuchenden Gemisches beider Isomere in 50 ml 4%iger NaOH-Lösung, verdünnt auf 1 l, läßt 1 Std stehen und mißt dann die Extinktionen bei 248,0 und 274,4 mμ gegen das reine Lösungsmittel als Vergleichsflüssigkeit. Berechnung: Man findet die Prozent-Gehalte an o-Isomer (x) und an p-Isomer (y) aus den Beziehungen $x = 100(E_3E_6 - E_4E_5)/(E_2E_3 - E_1E_4)$, $y = 100(E_2E_5 - E_1E_6)/(E_2E_3 - E_1E_4)$. Darin bedeuten E_1 und E_2 die Extinktionswerte des reinen o-Präparates (0,2 g/l) bei 248,0 mμ bzw. 274,4 mμ, E_3 und E_4 die entsprechenden Werte von reinem p-Präparat, E_5 und E_6 die Extinktionswerte der untersuchten Probe bei 248,0 bzw. 274,4 mμ. Die Werte E_1 bis E_4 müssen für jeden verwendeten Meßapparat neu festgestellt werden und stellen dann für diesen Apparat Konstanten dar, mit deren Hilfe die Berechnungsformeln für x und y vereinfacht werden können. Die relativen Analysenfehler betragen für die überwiegende Komponente des analysierten Gemisches etwa $\pm$ 2%; mit sinkendem Gehalt der Komponente vergrößert sich der Fehler ihrer Bestimmung. — Technische Betriebsproben müssen vor der Analyse bei 105° C vollkommen getrocknet werden (die feuchten Proben weisen nach der Auflösung eine störende zusätzliche Lichtabsorption auf). Etwaige braune Färbung der Betriebspräparate wird beseitigt, indem man die Lösung vor 2 g Probe in 96%igem Äthanol mit Aktivkohle (Carboraffin) schüttelt, mit Äthanol auf 100 ml auffüllt und die Lösung filtriert. — Bei der Vorbereitung der Standard- bzw. Probenlösungen muß man darauf achten, daß die Lösungen nicht zuviel mit der Atmosphäre (CO_2) in Berührung kommen und daß zum Auflösen und Verdünnen nur CO_2-freies Wasser benutzt wird.

[1] Chem. Průmysl **9**, 14—17 (1959) [Tschechisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Chemisch-Technolog. Hochsch. Prag (ČSR). M. Hřivnáč

Die volumetrische Bestimmung von Schwefelsäure in einem Acetylierungsgemisch aus Essigsäure und Essigsäureanhydrid gelingt T. Murakami[1] durch Titration mit 0,1 m Bleiacetat- oder Bariumacetatlösung in Essigsäure und Kristallviolett als Indicator. Ein scharfer Farbumschlag von Blau nach Violett zeigt den Endpunkt an, der mit potentiometrisch erhaltenen Werten übereinstimmt. Der Gehalt an Essigsäureanhydrid läßt sich gleichfalls bestimmen und zwar nach der Methode von T. Ellerington und J. J. Nicholls[2], wobei um den Schwefelsäuregehalt korrigiert werden muß. Das Verfahren findet Anwendung für die Ermittlung der restlichen freien Schwefelsäure in Acetylierungsbädern nach der Verseifung von Cellulosetriacetat. Cellulose stört dabei nicht.

[1] Jap. Analyst **8**, 103—106 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Kogakuin-Univ. (Japan). — [2] Analyst **82**, 233 (1957); vgl. diese Z. **161**, 289 (1958). E. Bankmann

Über die Bestimmung von Wasser in Tributylphosphat durch Messung der Kernresonanz berichten B. B. Murray und R. C. Axtmann[1]. Der Protonenresonanzpeak des Wassers zeigt eine lineare Verschiebung, bezogen auf den Peak

der Methylprotonen, bei steigender Wassermenge im Tributylphosphat. Untersucht wurden Gemische mit einem Wassergehalt von 0,44—6,3% (Sättigung). Die Genauigkeit beträgt $\pm 0{,}13\%$. Die Analysendauer beträgt nur 2 min. Die Genauigkeit der Bestimmung wird durch Linearitäts- und Stabilitätsschwankungen des Spektrometers nicht beeinflußt.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 450—451 (1959). E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Aiken, S. C. (USA). H. Zimmer

Die Hydroxylkonzentration in Polyäthylenglykol kann nach E. A. Burns und R. F. Muraca[1] durch Infrarotspektroskopie bestimmt werden. Hierzu wird die Absorptionsbande bei 2,84 μ (Wellenzahl 3520 cm^{-1}) gemessen. Da in diesem Bereich auch Wasser eine Absorption aufweist, muß der Wassergehalt vorher entweder mit Karl-Fischer-Reagens ermittelt oder durch Trocknen bei 0,1 Torr und 100° C (30 min) entfernt werden. Die Hydroxylkonzentration in Milligramm je Gramm Einwaage berechnet sich nach der Formel: $A - 1{,}86 \cdot b \cdot \%\,H_2O/6{,}74 \cdot b$. Darin bedeuten A log I_0/I und b die Schichtdicke der Probe. Das Beersche Gesetz ist mit einer Standardabweichung von 2,2% erfüllt.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 397—399 (1959). Inst. Technol., Pasadena, Calif. (USA). G. Kainz

Zur schnellen Bestimmung von Bleistyphnat in Zündgemischen (Zündhütchen) wird nach den Angaben von H. C. J. Saint und J. Hewson[1] die Probe mit einer Ammoniumacetatlösung extrahiert und die Extinktion der erhaltenen gelben Lösung gemessen. — *Arbeitsweise.* Die Probe wird in einen Filtertiegel (Porzellan oder Glas) eingewogen und mit insgesamt 10 ml 10%iger Ammoniumacetatlösung in 0,5 ml-Anteilen unter Digerieren und leichtem Saugen bis zum Farbloswerden extrahiert, gründlich mit Wasser nachgewaschen und auf 100 ml aufgefüllt. Gemessen wird in 1 cm-Küvetten bei genau 20° C mit dem Spekker-Absorptiometer mit Wolframlampe und Ilford-Filter Nr. 601 oder Unicam SP500 bei 412,5 mμ gegen Wasser als Vergleichslösung. Den Gehalt an Bleistyphnat (= Bleisalz des 2,4,6-Trinitroresorcins) entnimmt man einer Eichkurve, die mit reinem Bleistyphnat aufgestellt ist. Größere Einwaagen sind entsprechend zu verdünnen; dabei ist darauf zu achten, daß die Endlösung 0—15 mg Bleistyphnat enthält und 1%ig (w/v) an Ammoniumacetat ist. Mitextrahiertes Bariumnitrat läßt sich gleichzeitig bestimmen, indem man den ausgewaschenen Filtertiegel 30 min bei 110° C trocknet und den Gehalt aus der Differenz von Gesamtgewichtsverlust und Bleistyphnatmenge berechnet. Bleinitrat an Stelle von Bariumnitrat läßt sich ebenso errechnen. Liegen $Ba(NO_3)_2$ und $Pb(NO_3)_2$ nebeneinander vor, so ist zusätzlich das Gesamtblei zu bestimmen. Die Rechnung ist analog. Beide Substanzen stören die Bleistyphnatbestimmung ebenso wenig wie möglicherweise vorhandenes Bleiperoxyd, Tetrazol, Calciumsilicid und Antimonsulfid. Die mitgeteilten Ergebnisse sind gut, die Schwankungen der Meßwerte betragen $\pm 0{,}3\%$ absolut. Der wesentliche Vorteil der Methode liegt in einem Gesamtzeitbedarf von weniger als 1 Std im Vergleich zur üblichen Bestimmung über Bleisulfat nach vorheriger Sulfidfällung. Auf Einhaltung der Temperatur von genau 20° C ist sorgfältig zu achten. Der Temperatureinfluß ist beachtlich; unter Umständen ist eine Korrektur nach der Formel

$$\text{Extinktion}_{20^\circ\,C} = \frac{\text{Extinktion}_{(20+t)^\circ\,C}}{1 + 0{,}0107\,t}$$

anzubringen, worin t die Abweichung von 20° C ist.

[1] Analyst **84**, 183—187 (1959). Kynoch Works, Witton, Birmingham (England). E. Bankmann

Eine colorimetrische Bestimmungsmethode von Dithranol (Parasiticid) ist von P. M. Parikh, D. J. Vadodaria und S. P. Mukherji[1] ausgearbeitet worden. Hierzu wird Dithranol in Eisessig mit Nitrit umgesetzt und die entstehende orangegelbe Färbung bei 450—500 mμ photometriert. Der maximale Extinktionswert wird bei 100° C binnen 2 min erreicht; sodann fällt die Extinktion pro Minute um 3% ab. Zur maximalen Farbentwicklung ist eine Nitritkonzentration über 4% nötig. Die Fehlergrenze der Bestimmung liegt innerhalb ± 2%. — *Arbeitsweise.* Etwa 1 g der Dithranol-haltigen Probe wird 4—5mal mit je 20 ml heißem Eisessig extrahiert und nach dem Abkühlen filtriert. Man verdünnt dann soweit, daß im Milliliter etwa 20 μg Dithranol enthalten sind. 5 ml dieser Lösung werden mit 1 ml einer 5%igen Nitritlösung versetzt und das Gemisch genau 2 min im siedenden Wasserbad erwärmt, auf Raumtemperatur abgekühlt und auf 25 ml aufgefüllt. Die Lösung wird innerhalb 10 min bei 450—500 mμ photometriert. In gleicher Weise wird auch eine Eichkurve hergestellt.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **11**, 314—317 (1959). Zandu Pharmac. Works, Ltd., Bombay (Indien). G. Kainz

Über die Papierchromatographie von Patentblau und Säuregrün J berichtet R. C. T. Puche[1]. Die Papierchromatographie in Xylidin-Salzsäure-Wasser[2] ergab für beide Farbstoffe einen R_f-Wert von 0,94, in n-Butanol-Salzsäure-Wasser einen R_f-Wert von 0,94 und 0,95. Eine papierchromatographische Trennung ist also nicht möglich. Mit Hilfe des Aufziehens auf Wolle in verschiedenen Säuren kann jedoch eine Unterscheidung getroffen werden.

[1] Rev. Asoc. bioquim. argent. **23**, 223—224 (1958). — [2] Vgl. vorige Mitteilung: Res. Asoc. bioquim. argent. **22**, 112, 228 (1957). Irmgard Pfitzer

---

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

In einer Betrachtung zur Dichte- und Alkoholbestimmung im Apothekenbetrieb kommt K.-S. Schwarz[1] zu dem Schluß, daß nach wie vor die Verwendung der Mohr-Westphalschen Waage im Apothekenlaboratorium zu empfehlen ist, da ihre Verwendung am wenigsten zeitraubend ist und trotzdem ausreichend genaue Werte erhalten werden. Mit diesem Gerät sind noch 3 Stellen nach dem Komma genau bestimmbar, was den Anforderungen des DAB 6 genügt. Jedoch ist es erforderlich, etwa in Abständen von 1 Jahr eine Eichung der Waage durch Vergleich mit der Pyknometermethode oder gegen Wasser von 20° C (D = 0,99823) vorzunehmen. Beim Gebrauch der hydrostatischen Waage ist ferner zu berücksichtigen, daß es für sie drei verschiedene Reitersätze gibt, deren größte Reiter die Gewichte 5,0048 für Messungen bei 4° 4° C, 5,0000 g für 15° 15° C und 4,9960 für 20°/20° C haben. Für die *Ermittelung des Alkoholgehaltes von Tinkturen* empfiehlt Verf., die von W. M. Baschilowa und N. A. Figurowski[2] vorgeschlagene Siedepunktmethode unter Benützung der von H. Böhme und R.-H. Böhm[3] entwickelten Mikroapparatur zur Siedepunktbestimmung anzuwenden.

[1] Pharmaz. Praxis (Beilage Pharmazie **14**. H. 3) **3**, 37 (1959). — [2] Pharmaz. Praxis (Beilage Pharmazie **14**, H. 3) **3**, 37 (1959); vgl. das folgende Referat. — [3] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **291/63**, 514 (1958). K. Söllner

Über die Bestimmung des Alkoholgehaltes von Tinkturen berichten W. M. Baschilowa und N. A. Figurowski[1]. Auf Grund der geringen Konzentration der Tinkturstoffe sowie ihres relativ hohen Molekulargewichtes geben diese keine merkliche Siedepunktserhöhung, so daß man durch einfache Siedepunktsbestimmung den Alkoholgehalt ermitteln kann. An Hand einer Kurve, die die Siedetemperatur eines Äthanol-Wassergemisches in Abhängigkeit vom Alkoholgehalt darstellt, kann

aus dem Siedepunkt der Tinktur sofort der Alkoholgehalt ermittelt werden. Der Siedepunkt wird in einer modifizierten Apparatur nach PAUL und SCHANTZ[2] bestimmt. Das Verfahren wird an Maiglöckchen-, Wermut- und Pfefferminztinktur geprüft. Die Genauigkeit beträgt etwa 1%.

[1] Pharmaz. Praxis (Beilage Pharmazie 14. H. 3) **3**, 37—39 (1959). Minist. Gesundheitswesen. UdSSR. — [2] Hagers Handbuch der pharmazeutischen Praxis. Bd. I, **19** (1949). H. ZIMMER

Chloroform in wäßrigen pharmazeutischen Zubereitungen wird nach L. BREALEY, D. A. ELVIDGE und K. A. PROCTOR[1] vorteilhaft durch Gaschromatographie bestimmt. Um die festen, nichtflüchtigen Anteile der Zubereitung zu entfernen, wird eine spezielle Injektionsvorrichtung[2] (Abbildung im Original) benutzt, die nur flüssige Anteile hindurchläßt. Als stationäre Phase dient Polyäthylenglykol (Carbowax 1500), das auf Chromosorb als Trägermaterial aufgetragen ist. — *Arbeitsweise.* Die Trennkolonne hat eine Länge von etwa 1 m und wird auf 88° C erhitzt. Das Trägermaterial Chromosorb (36—85 mesh) wird zu 20% seines Gewichtes mit Carbowax 1500 imprägniert. Als mobile Phase wird Stickstoff verwendet, dessen Strömungsgeschwindigkeit auf 40 ml/min eingestellt ist. Als Detektorgerät für den austretenden Gasstrom dient eine Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle. Unter den gegebenen Bedingungen beträgt das Retentionsvolumen für Chloroform 169 ml. Als interner Standard wird n-Propanol verwendet, dessen Retentionsvolumen 238 ml beträgt. Die Eichung erfolgt mit 0,1, 0,2 und 0,4%igen Lösungen von Chloroform und 1% n-Propanol in Wasser. Die Fläche des Zackens am Chromatogramm ist der Chloroformmenge proportional.

[1] Analyst **84**, 221—225 (1959). Boots Pure Drug Co., Ltd., Beeston, Nottingham (England). — [2] TENNEY, H. M., u. R. J. HARRIS: Analyt. Chemistry **29**, 317 (1957); vgl. diese Z. **158**, 203 (1957). G. KAINZ

Ein neues Verfahren für die nichtwäßrige Titration von Barbituraten (Bt) haben J.-A. GAUTIER, F. PELLERIN und J. PINEAU[1] ausgearbeitet. — *Arbeitsweise.* Man wägt in einen 60 ml-Erlenmeyer-Kolben bei Vorliegen freier Bt etwa 0,5 mMol, bei Anwesenheit von Na-Salzen der Bt etwa 1 mMol der Analysensubstanz ein, löst in 5 ml wasserfreiem Pyridin (p.a.), gibt 10 ml 0,5 m Silbernitratlösung in Pyridin und 4—5 Tr. einer 1%igen Lösung von Thymolblau in 95%igem Äthanol zu und titriert mit 0,1 n Natronlauge in 95%igem Äthanol bis zum Farbumschlag nach Blau. Dann ermittelt man den Verbrauch an 0,1 n alkoholischer Natronlauge von 10 ml Pyridin und 10 ml Silbernitratlösung auf gleiche Weise (etwa 0,05 ml) und berechnet aus der Differenz den Gehalt der Einwaage an Bt. Der Verbrauch an 0,1 n Natronlauge ist bei freien Bt doppelt so hoch wie bei deren Na-Verbindungen. Der Äquivalenzpunkt kann auch elektrometrisch bestimmt werden. Liegt ein Gemisch eines Bt mit seinem Natriumsalz vor, so bestimmt man letzteres nach einer von den Verff. früher beschriebenen Technik[2] und verfährt anschließend wie beschrieben. Einfache Bt-Tabletten extrahiert man mit Pyridin, filtriert vom Ungelösten ab und führt die Titration im Filtrat durch. Liegen Gemische von Bt mit anderen Arzneistoffen (Aminsalze, Alkaloidsalze) vor, so neutralisiert man zunächst deren Lösung in Pyridin nach Zusatz von Indicatorlösung mit 0,1 n alkoholischer Natronlauge auf Blau, gibt dann 10 ml Silbernitratlösung zu und titriert erneut mit 0,1 n Natronlauge wie beschrieben. Bt-haltige Suppositorien lassen sich ebenfalls nach der angeführten Methode bestimmen, wenn die Zäpfchenmasse in Pyridin löslich ist.

[1] Ann. pharmac. franç. **16**, 625—630 (1958). Fac. Pharmac., Paris (Frankreich). — [2] GAUTIER, J. A., u. F. PELLERIN: Ann. pharmac. franç. **10**, 401 (1952); vgl. diese Z. **143**, 388 (1954). K. SÖLLNER

Eine Methode zur colorimetrischen Bestimmung von Natrium-p-aminosalicylat (PAS) gründen R. Ralea und O. Ungureanu[1] auf die Oxydation mit Natriumperoxyd, die durch Cu^{2+}-Ionen katalysiert wird, wobei das Zwischenprodukt $Cu(PAS)_2 \cdot 3H_2O$ auftritt. Das Verfahren, welches zur *Bestimmung von PAS im Blut* verwendet werden kann und mit dem sich noch 10 μg/ml erfassen lassen, liefert auch bei Gegenwart von $6{,}1 \cdot 10^{-4}$ Mol Trichloressigsäure nach Zusatz von 10^{-3} Mol Natronlauge brauchbare Werte. — *Ausführung.* Zur Lösung der Probe mit $1 \cdot 10^{-6}$ bis $6 \cdot 10^{-6}$ Mol PAS gibt man 5—7 ml 0,002 m $CuCl_2$-Lösung, oxydiert mit 0,0286 g Na_2O_2, fügt 0,5 ml 0,125 m KCN-Lösung hinzu und verdünnt auf 10 ml. Die colorimetrische Messung wird innerhalb von 20 min mit einem Grünfilter bei 15—25° C vorgenommen.

[1] An. sti. Univ. Iasi, N.S., Sect. I, 4, 171—180 (1958) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) G. Denk

4. Analyse von biologischem Material

Um den Fibrinogengehalt des Blutplasmas papierelektrophoretisch zu bestimmen, zentrifugiert man nach S. M. Ševčenko[1] die entnommene Blutprobe, wobei Pipette und Zentrifugenglas vorher zur Verhinderung der Koagulation mit Kaliumoxalat eingestäubt werden müssen. Zur Elektrophorese wird die Apparatur nach Diel verwendet. Man taucht Chromatographiepapierstreifen (28×2 cm) in Pufferlösung von p_H 9,3 [7,36 g Medinal (Veronalnatrium), 3,86 g Natriumacetat, 1100 ml dest. Wasser], spannt sie in den Rahmen ein und bringt im Abstand von 8,5 cm von der Kathode 0,01 ml Serum oder Plasma auf. Es werden gewöhnlich mehrere Parallelbestimmungen zur Ermittlung der Eiweißfraktionen gemacht. Bei 210 V dauert eine Elektrophorese etwa 18 Std. Man trocknet die Streifen 30 min bei 105—110° C, entwickelt mit einer Lösung von 200 mg Säuredunkelblau (oder Amidoschwarz 10 B) in 100 ml Eisessig und 900 ml Methanol und wäscht anschließend einige Male mit 4%iger Phenollösung in 10%iger Essigsäure. Das Pherogramm zeigt die Eiweißfraktionen in der Reihenfolge: Albumine, α-, α_2-, β- und γ-Globuline und in der Plasmafraktion das Fibrinogen. Bei dieser Methode liegt also das Fibrinogen zwischen Start und γ-Globulin, während es sonst erheblich schneller wandert als γ-Globulin. Zur quantitativen Bestimmung eluiert man das Fibrinogen mit 1 n Natronlauge und bestimmt es colorimetrisch mit Orange- oder Grünfilter.

[1] Lab. Delo 5, Nr. 1, 25—27 (1959) [Russisch]. Kinderklinik u. mediz. Lenin-Inst. K. Hertzog

Die elektrophoretische Trennung von Peptid- oder Proteingemischen kann nach E. Granzer[1] erheblich verbessert werden, wenn ein Phenolzusatz erfolgt, durch den Wasserstoffbrückenbindungen zwischen verschiedenen Peptiden gesprengt werden. Auch ein Harnstoffzusatz hat sich gut bewährt. Untersucht wird die Trennung eines durch Abbau von Insulin mittels Chymotrypsin erhaltenen Gemisches nach der Methode von W. Grassmann und K. Hannig[2] in Ameisensäure-Essigsäure-Pufferlösung vom p_H-Wert 1,9 [60 ml Ameisensäure (D 1,22) und 360 ml Eisessig in 6 l] ohne Zusatz und mit Zusatz von 4% Phenol bzw. 40% Harnstoff auf Schl. & Sch. 604 L/90 und bei Elektrolyse mit 17—18 Milliamp. (400 V) bei 0,119 ml Std Durchsatz im ersten, und mit 22 Milliamp. (480 V) bei 0,1 ml/Std Durchsatz im zweiten Trenngang. Gefärbt wird mit Ninhydrin[3] 3 min in Wasserdampf von 105° C. Die in Auffanggläschen abgetropften Fraktionen werden gefriergetrocknet. Die isolierten Fraktionen werden auf Schl. & Sch. 2043 bM in Horizontalkammer mit Butanol-Eisessig-Pyridin-Wasser (4:1:1:5) (obere Phase),

strichförmig aufgetragen (0,8 mg) und durch Vergleich mit Testgemischen und photometrischer Auswertung der Kupferkomplexe bei 486 mμ geprüft.

[1] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **311**, 46—53 (1958). Max-Planck-Inst. Eiweiß- und Lederforsch., München. — [2] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **292**, 32 (1953); vgl. diese Z. **145**, 449 (1955). — [3] Brüggemann, J., u. K. Drepper: Naturwissenschaften **39**, 301 (1952); vgl. diese Z. **138**, 379 (1953). K. Cruse

Über die enzymatische Mikrobestimmung von Glucose in Blut und Harn berichten L. L. Salomon und J. E. Johnson[1]. Es handelt sich um eine Modifikation bekannter Methoden für Blut[2–4] und Harn[5], bei denen Glucoseoxydase Wasserstoffperoxyd bildet, das mit Peroxydase umgesetzt wird und dabei aus o-Tolidin ein Chromogen bildet, dessen Extinktion bei 365 oder 635 mμ gemessen werden kann. Für die Harnentsalzung mit Austauschern ist eine kleine Apparatur angegeben.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 453—456 (1959). Med. Branch, Univ. Galveston, Tex. (USA). — [2] Hugget, A. S. G., u. D. A. Nixon: Biochemic. J. **66**, 12P (1957); vgl. diese Z. **160**, 226 (1958). — [3] Middleton, J. E., u. W. J. Griffiths: Brit. Med. J. **2**, 1525 (1958). — [4] Saifer, A., u. S. Gerstenfeld: J. Lab. clin. Med. **51**, 448 (1958); vgl. diese Z. **166**, 460 (1959). — [5] Teller, J. D.: Abstracts of Papers, 130th Meeting ACS, Atlantic City, N. J. September 1956, p. 69C.
E. Müller, Würzburg

Bei der Bestimmung anorganischer Phosphate in Gegenwart von Glucose-1-phosphat oder Adenosintriphosphat mittels der *Molybdänblaureaktion* ermitteln M. Nakamura und K. Mori[1] deren Störungsmöglichkeiten. Sie prüfen die Methoden von R. J. L. Allen[2], von W. J. Whelan und J. M. Bailey[3] und von M. Nakamura[4] und finden, daß zwar die Reduzierung des Amidolanteiles des Reagenses von 0,08 auf 0,04% einen geringen, der Ersatz von 4,8% Perchlorsäure durch 1,5% Schwefelsäure einen größeren Einfluß auf die Farbentwicklung der Molybdänblaureaktion ausüben, daß aber die Temperaturerniedrigung von 33° C auf 18° C die Hydrolyse der organischen Phosphate so herabsetzt, daß der störende Einfluß auf die Farbreaktion minimal wird. Die erwähnten Methoden zur Bestimmung des anorganischen Phosphors werden durch Fructose-1,6-diphosphat oder Phosphorylpyruvat weniger gestört als durch die oben erwähnten Verbindungen. Einzelheiten sollen an anderer Stelle veröffentlicht werden.

[1] Nature (London) **182**, 1441 (1958). Univ. Tokyo (Japan). — [2] Biochemic. J. **34**, 858 (1940). — [3] Biochemic. J. **58**, 560 (1954). — [4] J. agric. chem. Soc. Japan **24**, 1 (1950). B. Rossmann

Das colorimetrische Verfahren zur Bestimmung von Hexachlorcyclohexan (HCH) in biologischem Material von M. Schechter und I. Hornstein[1] wurde von E. Scheibe, I. Zaumseil und A. Dressler[2] überprüft. Das Verfahren beruht auf folgendem Prinzip: HCH wird in 6 Mole HCl und 1 Mol Benzol gespalten, dieses wird nitriert und in alkalischem Milieu mit Methyläthylketon zur Reaktion gebracht, wobei ein violettroter Farbstoff entsteht, dessen Extinktion in einem Pulfrich-Photometer unter Vorschaltung von Filter S 57 gemessen wird. Verff. stellen fest, daß die von Schechter und Hornstein angegebene Extinktionskurve des Farbstoffes mit der von ihnen aufgestellten im wesentlichen übereinstimmt und daß für die Farbstofflösung das Beer-Lambert-Gesetz gültig ist. Zur Vermeidung von Fehlern muß die Apparatur, in der die Nitrierung des Benzols vorgenommen wird, vor dem Einfüllen der Nitriersäure vollkommen trocken sein. Das für die Farbstoffkondensation verwendete Methyläthylketon muß von reinster Qualität sein (Merck), und die für die Nitrierung angewandte Schüttelzeit muß bei reinen HCH-Extrakten 3 min, bei aus biologischem Material gewonnenen 5 min

betragen. Da der Farbstoff relativ rasch verblaßt, muß die Ablesezeit bei Reihenuntersuchungen immer konstant gehalten werden. Um den teilweise sehr beträchtlichen Verlust an HCH beim Einengen der Auszüge zu verhüten, muß diesen vor dem Eindampfen Paraffinöl zugesetzt werden, das natürlich völlig frei von Benzol und seinen Homologen sein muß. Da HCH mit Wasserdampf verhältnismäßig leicht flüchtig ist, kann es hierdurch von nicht-wasserdampfflüchtigen, analog reagierenden Stoffen getrennt werden. Da jedoch *biologisches Material* häufig als natürliche Beimengungen nitrierbare Substanzen enthält und zudem verschiedene *Arzneistoffe*, wie *Phenacetin* analoge Farbreaktionen ergeben, müssen die bei der Durchführung des genannten Verfahrens erhaltenen Resultate mit einer gewissen Zurückhaltung betrachtet werden.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 544 (1952); vgl. diese Z. **139**, 307 (1953). — [2] Pharmazie **13**, 613—616 (1958). Humboldt-Univ., Berlin. K. Söllner

Zum Nachweis von Benzimidazolon in biologischem Material benutzt C. C. Porter[1] die Bildung eines roten Farbstoffes durch Oxydation mit Chromsäure. — *Arbeitsweise.* Die Verbindung wird aus biologischem Material, z. B. *Blutplasma*, mit Äthylacetat-Chloroform (2:1, v/v) extrahiert. Der Verdunstungsrückstand wird entweder in 0,1 n Salzsäure gelöst und direkt die Fluorescenz gemessen oder zur colorimetrischen Bestimmung in verd. Natronlauge oder in 10%igem Alkohol gelöst. 0,5 ml der Lösung mit 10—150 μg der zu bestimmenden Substanz werden mit Wasser und Alkohol auf 1,6 ml verdünnt. Das Alkohol-Wasser-Verhältnis hängt von dem zu bestimmenden Derivat ab. 1,2 ml der Lösung werden mit verd. Schwefelsäure (3:2, v/v) versetzt und abgekühlt, dann mit 0,2 ml 1%iger Kaliumdichromatlösung gemischt. Nach Erreichen der Höchstfärbung (3 min) wird gegen einen Blindversuch colorimetriert. Je nach den zu bestimmenden Derivaten werden die Messungen bei 505, 515 oder 525 mμ, den jeweiligen Maxima, vorgenommen. Das Beersche Gesetz gilt für Konzentrationen zwischen 0,02 und 0,3 mMol/l.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 2063—2064 (1958). Merck Sharp & Dohme Res. Labs., West Point, Pa. (USA). B. Rossmann

Über eine Zweischritt-Methode zur Bestimmung von Prothrombin mit Thromboplastin aus hämolysiertem Gesamtblut berichtet O. H. Dreskin[1]. Es handelt sich um eine Modifikation bekannter Methoden[2,3], die im wesentlichen darin besteht, daß sehr wirksames Thromboplastin, das bei der Hämolyse aus Erythrocyten frei wird, benutzt wird. Zwei verschiedene Verfahren, die sehr genau eingehalten werden müssen, sind mit einer Tabelle der Gerinnungszeiten und den dazugehörigen Faktoren zur Errechnung der Prothrombineinheiten angegeben.

[1] J. Lab. clin. Med. **51**, 312—316 (1958). Jewish Hosp., Cincinnati, Ohio (USA). — [2] Ware, A. G., u. W. H. Seegers: Amer. J. clin. Pathol. **19**, 471 (1949). — [3] Dreskin, O. H.: Clin. Res. Proc. **3**, 32 (1955). E. Müller, Würzburg

Über die Beweglichkeit verschiedener Hämoglobinderivate bei der Hochspannungselektrophorese berichten W. Künzer und E. Ambs[1]. Bei der Hochspannungselektrophorese (1200—2000 V, 40—60 Milliamp., 5—7 Std, Stärketräger mit Veronalpuffer, p_H 8,6) wandert Methämoglobin langsamer als O-, CO- und Cyanhämoglobin. Bei noch so schnellem Arbeiten kommt es bei O- und CO-Hämoglobin zur Bildung von Methämoglobin und damit zu einer zweiten Bande. Will man das vermeiden, verwandelt man die zu trennenden Hämoglobine in ihre Cyanderivate. Es lassen sich so Erwachsenenhämoglobin (HbA) und fetales Hämoglobin (HbF) aus Nabelschnurblut unterscheiden.

[1] Klin. Wschr. **37**, 249—250 (1959). Univ. Würzburg. E. Müller, Würzburg

Namen- und Sachverzeichnis des 172. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abd El Raheem, A. A., A. M. Amin and A. S. Moustafa, The Use of Omega Chrome Fast Blue 2 G in the Microdetermination of some Metals 347 [Or]

Abd El Raheem, A. A., und M. M. Dokhana, Metomega Chrome Cyanin BLL als Metallindicator 209

Abdine, H., siehe Flaschka, H.

Ackermann, G., Eignung verschiedener Filterpapiersorten für Tüpfelanalysen 50

Adams, O. W., siehe Laskowski, D. E.

Adams, R. N., und E. M. Hammaker, Verwendung von Tetramethylbenzidin als Redoxindicator 55

Adler, G., siehe Schormüller, J.

Aeschlimann, F., P. O. Bethge und J. H. Eggers, Zur Colorimetrie des Furfurols. II. Mitteilung. Die Reaktion mit Phenolen vom Resorcintypus 241 [Or]

Afanasjeva, L. P., siehe Jacimirskij, K. B.

Alfonsi, B., Bestimmung von Nickel, Zink und Aluminium in Bronzen 383

Alimarin, I. P., Čžen-Jun-E und I. V. Puzdrenkova, Verwendung von Perjodsäure zur Bestimmung von Cer, Thorium, Zirkonium, Thallium und Antimon 285

Alimarin, I. P., J. V. Jakovlev und A. N. Žabin, Aktivierungsanalyse 386

Alimarin, I. P., und W. S. Sotnikow, Anwendungsmöglichkeiten von organischen Derivaten der schwefligen, selenigen und tellurigen Säure in der analytischen Chemie 206

Allam, M. G. E., siehe Issa, I. M.

Allen, G. A., siehe Seaman, W.

Allen jr., H., und S. Tannenbaum, Analyse organischer Verbindungen, die Bor, Kohlenstoff und Wasserstoff enthalten 140

Allen, R. J. L., Bestimmung von Phosphaten 463

Altshuller, A. P., und C. A. Schwab, Bestimmung von Alkylnitriten 142

Aly, F. W., und H. Schaupp, Bestimmung des tryptophanreichen Serumpräalbumins 155

Amberg, C. H., E. Echigoya und D. Kulawic, Analyse des Gemisches, das bei der Oxydation von Äthylen entsteht 397

Ambs, E., siehe Künzer, W.

Amer, M. M. A., siehe Issa, I. M.

Amin, A. M., siehe Abd El Raheem, A. A., sowie Khalifa, H.

Amos, W. R., und R. F. Sympson, Bestimmung von Kalium durch Titration mit Natriumtetraphenyloborat 117

Analytical Methods Committee, Eigenschaften der Perchlorsäure und ihre Handhabung im Laboratorium 205

Anand, V. D., und G. S. Deshmukh, Determination of Cobalt as Tellurite 264 [Or]. — Siehe auch Deshmukh, G. S.

Anderson, J. R., und K. H. Napier, Lösungswärmen bei der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 436

André, M. L., und M. J. O'Neal jr., Massenspektrometrische Bestimmung mittelviscoser Schmieröle 74

Andreeva, N. A., siehe Poletaev, M. I.

Anger, V., Tüpfelreaktion von Zink und Cadmium 283. — Tüpfelnachweis auf Chinone 439

Angot, J., Bestimmung von Natrium in Kaliumsalzen 391

Antal, P., siehe Korkisch, J.

Antončik, Ju. I., siehe Šatenštejn, A. I.

Anvaer, B. I., siehe Turkel'taub, N. M.

Appel, W., siehe Moinat, P.

Arcand, G. M., siehe Swift, E. H.

Argabright, P. A., siehe Messner, A. E.

y Arnal, T. Gaspar, siehe Gaspar y Arnal, T.

Aronsson, T., und A. Grönwall, Trennung der Serumproteine 156

Ashbrook, A. W., Bestimmung kleiner Mengen Triisooctylamin in wäßriger Lösung 434

Augustyn, W., und Z. Sosin, Bestimmung von Silicium in schwer löslichen Fluoriden 71

Ausch, K. S., siehe Somfalvy, E.
Autenrieth- Rosenmund, Qualitative chemische Analyse, 5. Aufl. 362 [L]
Axtmann, R. C., siehe Murray, B. B.

Babcock, M., D. E. Terry und A. J. Milun, Analyse von hochmolekularen quarternären Ammoniumchloriden 434
Babko, A. K., und N. V. Lutochina, Colorimetrische Bestimmung von Magnesium in Roheisen 390
von Baeckmann, A., siehe Ziegler, M.
Bailey, J. M., siehe Whelan, W. J.
Balák, F., siehe Jindra, A.
Ballczo, H., und L. Hainberger, Bestimmung von Chlorid, Bromid und Jodid in einem einzigen Tropfen 294
Balley, R., und D. F. Boltz, Spektralphotometrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 115
Banasiak, K., siehe Basińska, H.
Banick, W. M., siehe Smith, G. F.
Banks, T. E., R. Tupper, E. M. A. White und A. Wormall, Bestimmung von Zink in Blut und Gewebe 146
Barańska, H., Flammenphotometrische Bestimmung von Spurenmengen Lithium, Natrium, Kalium und Calcium 116
Bardin, M. B., Ju. S. Ljalikov und V. S. Temjanko, Anwendung rotierender Platinelektroden in der Polarographie 45
Barnard jr., A. J., W. C. Broad und H. Flaschka, Sammelreferat über ÄDTA-Titrationen 202
Barnes jr., L., Bestimmung von acetylenischem Wasserstoff 300
Barney II, J. E., siehe Klipp, R. W.
Barrera-Piñero, R., siehe Fernández-Cellini, R.
Barrollier, J., J. Heilmann und E. Watzke, Gerät zur direkten Registrierung des Extinktionsverlaufes an papierchromatographischen Flecken und an Zonen in Elektropherogrammen 43
Bartels, U., und H. Hoyme, Phosphorbestimmung in textilen Gewebeproben 75
Bartlett, G. R., Bestimmung von Phosphor in Eluaten der Säulenchromatographie 291. — Prüfung von freien und phosphorylierten Glycerinsäuren 156
Baschilowa, W. M., und N. A. Figurowski, Bestimmung von Alkohol in Tinkturen 460
Basińska, H., und K. Banasiak, Bariumthiosulfat-monohydrat als Urtitersubstanz in der Jodometrie 205
Basińska, H., und T. Bobińska, Kupfer(II)-oxyd als Urtitersubstanz in der Jodometrie 205
Baskova, Z. A., Bestimmung kleiner Bleimengen in Gesteinen 394
Bauer, Š., siehe Bauerová, O.
Bauerová, O., und Š. Bauer, Bestimmung von Phenylacetylcarbinol 143
Baumeister, L., siehe Böhm, P.
Bawden, A. T., siehe Foulk, C. W.
Baxter, R. A., und R. T. Keen, Herstellung eines Hochtemperaturgaschromatographen 41
Beach, E. F., und J. J. Turner, Bestimmung von Glucose in Körperflüssigkeiten 156
Belitz, H.-D., siehe Schormüller, J.
Belovic, B., siehe Heumann, W. R.
Bender, S. L., siehe Natelson, S.
Beranek, E., siehe Čůta, F.
de Berardinis, E., Trennung der säurelöslichen Phosphorsäurefraktionen in der Rinderretina 147
Berger, J.-A., und J. Dauphin, Bestimmung von freiem Schwefelwasserstoff und HS-Ionen in wäßrigen Lösungen von Alkalisulfiden 293
Berka, A., und J. Zýka, Bestimmung von Perjodat in Anwesenheit von Jodat 135
Bermejo-Martínez, F., und M. P. Castro, Bestimmung kleiner Mengen Vanadium 60
Bermejo-Martínez, F., und R. Rey-Mendoza, Analytische Anwendbarkeit von 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure 373
Bernelin, B., Optische Mikroskopie zur Kontrolle und Prüfung von Schmierfetten 228
Bertling, L., siehe Böhme, H.
Bethge, P. O., siehe Aeschlimann, F.
Bhatnagar, C. S., siehe Saxena, R. S.
Bhattacharya, A. K., siehe Gupta, T. Ch.
Bilger, X., und G. Mangeney, Halbmikroapparatur zur Bestimmung von Stickstoff und Phosphor durch nasse Veraschung 300
Biller, S., siehe Isăcescu, D. A.
Billman, J. H., J. Y. Chen-Ho und L. R. Caswell, Bestimmung von Carbonylverbindungen 212
Birner, J., Bestimmung von Phenoxymethylpenicillin und Phenoxyessigsäure in Kulturlösungen 233

Bishop, E., Genauigkeit maßanalytischer Verfahren 371
Blažek, J., Bestimmung von Amidopyrin in Anwesenheit von Butazolidin 234
Blažek, J., und Z. Stejskal, Bestimmung von Pyrazincarbonsäureamid 236
Bljum, I. A., und T. K. Dušina, Fluorimetrische Indiumbestimmung 287
Block, J., J. W. Pritchett und L. Gordon, Reinigung von Dimethyloxalat 205
Bobińska, T., siehe Basińska, H.
Bobtelsky, M., und M. M. Cohen, Bestimmung von Wismut und Pyramidon 59
Bobtelsky, M., und J. Eisenstaedter, Bestimmung von Gold, Platin und Palladium mit Nitron 119. — Mikroheterometrische Palladiumbestimmung mit Nitron in rhodanidhaltiger Lösung 297
Bode, H., und H. Fabian, Flammenphotometrische Bestimmung der Elemente Gallium, Indium und Thallium (Berichtigung) 320
Bode, H., und F. Neumann, Untersuchungen über disubstituierte Dithiocarbamidate. VIII. Mitteilung. Extraktionen mit Lösungen von Diäthylammoniumdiäthyldithiocarbamidat in organischen Lösungsmitteln 1 [Or]
Bodenheimer, W., und M. Gaon, Bestimmung von Magnesiumoxyd in Silicaten 455
Bodor, E., siehe Erdey, L.
Böckel, V., siehe Knappe, E.
den Boef, G., und A. Daalder, Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. IV. Die Bestimmung von Chrom(III) 360 [Or]
Böhler, G., Proportionalzählrohr zur Auswertung von Radio-Papierchromatogrammen 366
Böhm, P., S. Dauber und L. Baumeister, Bestimmung von Neuraminsäure 155
Böhm, R.-H., siehe Böhme, H.
Böhme, H., und L. Bertling, Nachweis von Sorbinsäure 446
Böhme, H., und R.-H. Böhm, Siedepunktsapparatur zur Alkoholbestimmung 460.
Boffi, V., E. Bucci und A. Lucarelli, Bestimmung der Cocarboxylase in reiner Lösung, im Blut und tierischem Gewebe 160
Bognár, J., Verwendung von Magdalarot als Fluorescenzindicator bei Fällungstitrationen 208
Bojkina, B. S., siehe Peregud, E. A.
Bolleter, W. T., Bestimmung von Aluminium und Titan in Polyäthylen 76
Boltz, D. F., siehe Balley, R.
Bonavita, V., und V. Scardi, Spektrophotometrische Bestimmung von Pyridoxal-5-phosphat 153
Bondarevskaja, E. A., siehe Koršun, M. O.
Booman, G. L., und W. B. Holbrook, Bestimmung von Uran in verbrauchten Aluminium-Uranbrennstoff-Elementen 127
Boord, C. E., siehe Kyryacos, G.
Bosch, L., siehe van Es, W. L.
Bouillon, F., M. Offergeld-Jardinier, J. Piron, J. Stevens und van der Schrick, G. Analyse von Filmen, die durch trockene oder anodische Oxydation auf Kupfer gebildet werden 219
Bourne, E. J., siehe Peat, S.
Bowen, H. J. M., Bestimmung von Kupfer und Zink in Blut und in Tomaten 146
Bowen, V. T., siehe Sugihara, T. T.
Boyd, C. M., siehe Meyer jr., A. S.
Brailovskij, A. Ja., siehe Madievskaja, N. N.
Brandenberger, H., siehe Vuataz, L.
Brasseaux, D. J., siehe Schwartz, R. D.
Braun, T., siehe Gălăteanu, I.
Brealey, L., D. A. Elvidge und K. A. Proctor, Bestimmung von Chloroform in pharmazeutischen wäßrigen Zubereitungen 461
Bressau, G., siehe Schormüller, J.
Broad, W. C., siehe Barnard jr., A. J.
Brooks, C. J. W., und J. K. Norymberski, Bestimmung von Ketosteroiden 318
Brown, J. B., siehe Gallagher, T. F.
Brown Dunning jr., H. A., siehe McMillion, C. R.
Browning, L. C., und J. O. Watts, Gaschromatographische Technik 217
Brückner, J., Bestimmung der Kohlenhydratkomponente von Glykolipoiden 314
Brunink, H., siehe Hardon, H. J.
Bryan, F. R., siehe Neerman, J. C.
Bryant, E. A., J. E. Sattizahn und B. Warren, Bestimmung von Strontium-90 in radioaktiven Spaltprodukten 282

Bryant, W. M. D., und D. M. Smith, Bestimmung von Carbonylgruppen 212
Brzozowski, S., siehe Kemula, W.
Bucci, E., siehe Boffi, V.
Bucek, W., siehe Roberts, H. R.
Bucerzan, I., siehe Grecu, I.
Buchowski, H., Bedingungen der analytisch verwendbaren Einfachextraktion 201
Buchowski, H., und Z. Olempska, Bestimmung von o- und p-Nitrobenzoesäure 439
Buděšínský, B., Bestimmung von Phenylhydrazin und Hydroxylamin sowie Bestimmungsverfahren der Carbonylgruppen 437
Büchner, M., siehe Lickint, F.
Burch, G. E., siehe Reaser, P. B.
Burger, K., und E. Schulek, Die Verwendung von Bromchlor als Maßlösung in der Analyse. Neues Verfahren zur Bestimmung der Maleinsäure und Fumarsäure 98 [Or]
Burkhardt, R., siehe Hennig, K.
Burnea, I., siehe Vasiliev, R.
Burns, E. A., und R. F. Muraca, Bestimmung der Hydroxylkonzentration in Polyäthylenglykol 459
Burros, C. L., siehe Handley, T. H.
Burstein, M., siehe Fine, J. M.
Busev, A. I., und V. G. Tipcova, Komplexsalze des Thalliums 129
Butkiewiez, K., siehe Kemula, W.
Butters, B., und E. M. Chenery, Nephelometrische Bestimmung von Schwefel in Boden und Pflanze 224
Byzczyńska, B., siehe Lasiewicz, K.

Cady, G. H., und D. P. Siegwarth, Fraktionierte Destillation eines Substanzgemisches in einem Gaschromatographen 365
Cady, R. T., siehe Merrit, L. L.
Calafeteanu, I., siehe Murea, L.
Caldwell, J. R., und H. V. Moyer, Titration von Chlor 295
Calzolari, C., und A. Furlani Donda, Bedingungen für die polarographische und spektrophotometrische Bestimmung des 1,4-Dikaffoylchinasäureesters 232
Campbell, A. D., und V. J. Chettleburgh, Zu hohe Alkoxylwerte bei Phenolen, die tertiäre Butylgruppen enthalten 437
Campen, W. A. C., und A. M. J. Sledsens, Bestimmung von Chlor in Viehfutter und Stallmist 225
Cannan, R. K., siehe Troll, W.
Carcasona, A., J. Cervós-Navarro und F. Unterharnscheidt, Bestimmung von 5-Hydroxytryptamin und 5-Hydroxyindolessigsäure 320
Carritt, D. E., und J. W. Kanwisher, Elektrodensystem zur Analyse verschiedener Wässer, auch in Meerestiefen, auf Sauerstoff 380
Carruthers, C., siehe Woernley, D. L.
Cases-Casanova, J., Thermische Zersetzung von Natriumnitrat 291
Castro, M. P., siehe Bermejo-Martinez, F.
Caswell, L. R., siehe Billman, J. H.
Čepčiansky, I., und L. Chromcová, Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 301
Ceriotti, G., und L. Spandrio, Bestimmung von Kreatin und Kreatinin 153
Cerkovnickaja, I. A., siehe Moračevskij, Ju. V.
Černíková, M., siehe Horáček, J.
Černý, J., siehe Hrdý, O.
Cervós-Navarro, J., siehe Carcasona, A.
Chalturin, V. S., siehe Mochov, L. A.
Chang Ting-Chao, siehe Hsu Pao-Lin
Chatten, L. G., M. Pernarowski und L. Levi, Identifizierung und Bestimmung der Hydrochloride von Lokalanaesthetica 240
Chatterjee, K. K., UV-Absorptionsspektrum von Hydroxychinolin und seinem Kupferchelat 281
Chazerain, J., Bestimmung von Kreatin und Kreatinin 153
Chenery, E. M., siehe Butters, B.
Cheng Chien-Hwa, siehe Hsu Pao-Lin
Chen-Ho, J. Y., siehe Billman, J. H.
Chesnin, L., und C. H. Yien, Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 224
Chettleburgh, V. J., siehe Campbell, A. D.
Chitrov, V. G., siehe Rusanov, A. K.
Chromcová, L., siehe Čepčiansky, I.
Chun, H., siehe Pietzka, G.
Cimmergakl, V. A., und Z. A. Krasnova, Bestimmung von Zink in metallischem Cadmium 385
Ciuhandu, Gh., und G. Krall, Photometrische Bestimmung von Kohlenmonoxydspuren in Wasserstoff 81 [Or]
Ciuhandu, Gh., und M. Rocsin, Neue Methode zur photometrischen Arsenbestimmung 268 [Or]
Clark, C. T., siehe Udenfriend, S.

Clark, R. E. D., und Ch. E. Tamale-Ssali, Verwendung von o-Dithiolen in der Analyse 206
Clark, W. H., Bestimmung der Isomeren des N,N'-Diäthyltoluylamids 78
Clarke, F. E., Bestimmung von Chloridspuren in Wasser 381
Close, J. R., und H. V. Street, Amylaseaktivität im Blutserum 159
Coe, F. R., siehe Price, D.
Cohen, M. M., siehe Bobtelsky, M.
Concha, J., siehe Higuchi, T.
Cook, J. W., siehe Moddes, R. E. J., sowie Nesheim, E. D. und Yip, G.
Cool, R. D., Berylliumnachweis mit Acetylaceton 120
Cosmin, A., siehe Vasiliev, R.
Crane, F. E., Nachweis von Tetraphenyloborat 218
Critchfield, F. E., und J. B. Johnson, Erniedrigung des p_H-Wertes saurer Lösungen durch Neutralsalze 373
de la Cruz-Castillo, F., siehe Fernández-Cellini, R.
Cullum, D. C., und D. B. Thomas, Bestimmung des Sulfatgehaltes von Reinigungsmitteln 228
Cummings, C. L., siehe Miller, G. L.
Čůta, F., E. Beranek und J. Písecký, Änderungen der Lichtabsorption in Lösungen von symmetrischem Trinitrobenzol 207
Cyrankowska, M., siehe Zagórski, Z.
Czakow, J., L. Pszonicki und Z. Walewska, Bestimmung der Verunreinigungen von U_3O_8 393
Czakow, J., und Z. Radwan, Bestimmung von Lithium in Calciummetall 68
Czakow, J., T. Steciak und O. Szczerbińska, Spektrographische Bestimmung von Spurenverunreinigungen in Lösungen 39
Czarnecka, W., und A. Sobkowska, Polarographische Bestimmung von Blei mit Ascorbinsäure 54
Čžen-Jun-E, siehe Alimarin, I. P.
Czerepko, K., und H. Sikorska-Tomicka, Nachweis von Metallionen auf Papierchromatogrammen 59. — Siehe auch Sikorska-Tomicka, H.
Czerwiński, W., Potentiometrische Kontrolle und Auftrennung von Säuren an Ionenaustauscherkolonnen 198

Daalder, A., siehe den Boef, G.
Dahn, H., und H. Moll, Bestimmung von ^{18}O in Aldehyden, Ketonen, Säuren und Amiden 210
Daly, M. M., und A. E. Mirsky, Säulenchromatographische Trennung von Aminosäuren 153
Dass, R., siehe Verma, M. R.
Datta, S. K., Bestimmung von Thorium mit 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 125
Dauber, S., siehe Böhm, P.
Dauphin, J., siehe Berger, J.-A.
Davies, M. T., Pufferlösungen für die UV-Spektrophotometrie 198
Dean, J. A., siehe Eshelman, H. C., sowie Menis, O.
Debras, J., und I. A. Voinowitch, Bestimmung von Strontium in silicatischen Aluminiummineralien 392
Delano, E., siehe Wallach, D. F. H.
Delsal, J.-L., und H. Manhouri, Bestimmung von Orthophosphat neben Phosphorsäureestern in biologischen Substanzen 147
Demetriou, J. A., siehe Kushinsky, S.
Deshmukh, G. S., V. D. Anand und A. K. Vishwanath, Conductometric and p_H-Studies on Cobalt Tellurite 260 [Or]. — Siehe auch Anand, V. D.
Diemair, W., und C. Gundermann, Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium in Wein 440
Dikstein, S., Theorie der Papierchromatographie 365
Dixon, K., Spektrochemische Untersuchung von Mineralen in Verbindung mit Kohle 397
Dobkina, B. M., und T. M. Maljutina, Bestimmung von Tantal als Pyrogallolkomplex 62
Dobrowolski, J., Bestimmung von Thorium, Lanthan und Cer(III) mit Carminsäure als Indicator 125
Doerffel, K., Fehlerkontrolle bei Serienanalysen 202. — Siehe auch Geyer, R.
Dörr, R., Bestimmung des Magnesiumanteils in schwefelsaurer Kalimagnesia 223
Dokhana, M. M., siehe Abd El Raheem, A. A.
Doležal, J., Polarographische Bestimmung von Cer 125
Doležal, J., und J. Novák, Polarographische Bestimmung von Cer 125
Donaldson, J. D., und W. Moser, Bestimmung von Zinn mit Eisen(III)-chlorid 53
Drake, B., siehe Tiselius, A.

Dreskin, O. H., Zweischritt-Methode zur Bestimmung von Prothrombin mit Thromboplastin aus hämolysiertem Gesamtblut 464
Dressler, A., M. Müller und H. Schönfeld, Isolierung reiner Barbiturate in der toxikologischen Analyse durch fraktionierte Ausschüttelung 400. — Siehe auch Scheibe, E.
Drobyševa, O. M., siehe Jacimirskij, K. B.
Dubský, H. E., siehe Janák, J.
Dubský, I., Komplexometrische Bestimmung von Zink und Cadmium in Galvanisationsbädern 72
Duerr, J. D., und B. A. Pappas, Bestimmung von Diäthylstilboestrol 318
Duff, J. C., Formylierungsreaktion zum Nachweis von Phenolen und Anilinen 217
Dumontier-Goureau, N., und B. Trémillon, Voltammetrische Messungen an einer Aluminiumelektrode 49
Dunbar, R. E., und F. J. Ferrin, Mikroskopische Analyse organischer Hydroxyverbindungen 142
Dunning, H. N., siehe Dwiggins jr. C. W.
Dunstone, J. R., und E. Payne, Bestimmung von Magnesium, Calcium, Strontium, Barium, Cadmium und Zink 120
Dušina, T. K., siehe Bljum, I. A.
Dušinsky, G., Neue Auffassung der Dead stop-Methode 48
Dušinský, G., und M. Tyllová, Bestimmung von Strychnin und Brucin durch Papierchromatographie 239
Duval, Cl., Thermolyse von Ammoniumphosphormolybdat 56. — Siehe auch Garnier, Y.
Dvorszky, M., siehe Hegedüs, A. J.
Dwiggins jr., C. W., und H. N. Dunning, Röntgenspektrometrische Nickelbestimmung in Ölen 457
Dyck, R., und T. J. Veleker, Spektrographische Analyse von Wolfram-Metallpulver 388. — Siehe auch Veleker, T. J.

Echigoya, E., siehe Amberg, C. H.
Eckhard, S., und A. Püschel, Volumen-, Temperatur- und Intensitätsmessungen an Knallgasflammen 334 [Or]
Eddy, L. B., siehe Messner, A. E.
Edsberg, R. L., siehe Siggia, S.
Edwards, J. W., siehe Milner, G. W. C.
Eeckhout, J., siehe Gillis, J.
Eggers, J. H., siehe Aeschlimann, F.
Egli, R. H., siehe Vuataz, L.
Ehlers, V. B., und J. W. Sease, Coulometrische Reduktion von 18 organischen Nitroverbindungen 212
Eik-Nes, K. B., siehe Oertel, G. W.
Eisenberg, A., siehe Tobolsky, A. V.
Eisenstaedter, J., siehe Bobtelsky, M.
Elliot, C. R., P. F. Preston und J. H. Thompson, Bestimmung von Kupfer in hochlegierten Stählen mit hohen Nickel- und Kobaltgehalten 391
Elvidge, D. A., siehe Brealey, L.
Erdey, L., Chemiluminescenzindicatoren zu Neutralisations- und Redoxtitrationen 208
Erdey, L., B. Fleps und E. Bodor, Ascorbinsäure als Reduktionsmittel 57
van Es, W. L., und L. Bosch, Anordnung zur fortlaufenden Registrierung der Extinktion von Eluaten der Chromatographie und des Ionenaustausches 363
Eshelman, H. C., J. A. Dean, O. Menis und T. C. Rains, Bestimmung von Aluminium 123
Ezerskaja, N. A., siehe Pšenicyn, N. K.

Fabian, H., siehe Bode, H.
Fabre, P., siehe Willemart, R.
Farmilo, C. G., siehe Genest, K.
Farnsworth, M., und J. Pekola, Bestimmung von Zinn in anorganischem und organischem Material 54
Fassel, V. A., siehe Kniseley, R. H.
Fedoseev, P. N., und M. Ja. Sobko, Bestimmung von Halogenen in stickstoff- und schwefelhaltigen organischen Verbindungen 304
Fehér, I., siehe Schulek, E.
Feigl, F., und E. Jungreis, Nachweis von Phenolen und alkylierten Anilinen durch Tüpfelproben 217
Feigl, F., und G. Kraus, Jodometrische Neutralisation von Säuren 230
Feinstein, L., und J. R. Hart, Bestimmung des Proteingehaltes in Weizen und Mehlproben 441
Feldman, C., Spektralanalytische Methode 390
Fels, G., und R. Veatch, Mikrobestimmung von Ammonium- und Eiweißstickstoff 141
Ferber, E., siehe Röwe, K.

Fernández-Cellini, R., F. de la Cruz-Castillo und R. Barrera-Piñero, Spurenbestimmung von Uran in Wasser, atmosphärischem Staub, Urin u. a. 286
Fernando, Q., und H. Freiser, Reduktion von 4-Hydroxybenzthiazol 369
Ferrin, F. J., siehe Dunbar, R. E.
Figurowski, N. A., siehe Baschilowa, W. M.
Fine, J. M., und M. Burstein, Elektrophorese von Lipoproteiden in Humanserum 314
Fine, J. M., E. Waszczenko, J. Loeb und J. Moullec, Elektrophorese von Lipoproteiden 314
Fischer, H., siehe Röwe, K.
Fischer, W., und U. Uhlich, Nachweis von Pflanzenschutzwirkstoffen in Mischung miteinander mit Hilfe der Infrarot-Spektrographie. I. Mitteilung 175 [Or]
Fisher, D. J., siehe Kelley, M. T.
Fishman, J., siehe Gallagher, T. F.
Fiske, C. H., und Y. Subbarow, Bestimmung von Phosphor 291
Flaschka, H., und H. Abdine, Rücktitration mit ÄDTA 391. — Siehe auch Barnard jr., A. J.
Fleps, B., siehe Erdey, L.
Foell, Th., siehe Smith, L. L.
Folch, J., M. Lees und G. H. Sloane-Stanley, Abtrennung von Neuraminsäure 155
Fołdzińska, A., siehe Minczewski, J.
Forist, A. A., und S. Theal, Bestimmung von Steroidestern 317
Forstner, J. L., und L. B. Rogers, Chemische Sorption zur Trennung organischer Isomeren und Homologen 210
Foulk, C. W., und A. T. Bawden, Dead stop-Titrationen 48
Franken, E., siehe Rink, M.
Frazier, E., siehe Friedemann, T. E.
Freedman, R. W., Titration von Chlorid 134
Freiser, H., siehe Fernando, Q.
Frey, H.-H., Nachweis von Barbitursäure-Derivaten im Urin 309
Friedemann, T. E., und E. Frazier, Bestimmung von Antipellagra-Vitamin 445
Friedland, S. S., G. H. Lane jr., R. T. Longman, K. E. Train und M. J. O'Neal jr., Massenspektren von Steroiden 315
Fritz, J. S., und M. Johnson-Richard, Colorimetrische Bestimmung von Uran mit Arsenazo 126
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.
Fujita, A., und K. Numata, Bestimmung von Vitamin D 446
Funasaka, W., siehe Ishibashi, M.
Funnell, H. S., siehe Oliver, W. T.
Furlani Donda, A., siehe Calzolari, C.
Furman, N. H., siehe Voorhies, J. D.

Gäumann, T., J. Hoigné, und H. H. Günthard, Apparatur zur Ausführung von Hochfrequenztitrationen 369. — Siehe auch Hoigné, J.
Gălăteanu, I., I. Maxim und T. Braun, Radiometric Titration of Zinc and Copper with EDTA 274 [Or]
Gallagher, T. F., S. Kraychy, J. Fishman, J. B. Brown und G. F. Marrian, Bestimmung von Oestron, Oestradiol und Oestriol im menschlichen Harn 317
Gallus, J., Bestimmung von Natriumsulfid neben Thiosulfat und Sulfat 132
Galus, Z., siehe Michalski, E.
Gansel, E. E., Nachweis und Identifizierung von Halogenen in organischen Verbindungen 303
Gaon, M., siehe Bodenheimer, W.
Garnier, Y., und Cl. Duval, Papierchromatographische Trennung von Sulfat-, Hydrogensulfat-, Pyrosulfat-, Peroxydisulfat-, Thiosulfat-, Dithionat-, Trithionat-, Tetrathionat- und Pentathionationen 133
Gaspar y Arnal, T., Qualitativer Nachweis von Kalium 280
Gassmann, B., und K. Täufel, Bestimmung des Antipellagra-Vitamins in Lebensmitteln 445
Gautier, J.-A., F. Pellerin und J. Pineau, Nichtwäßrige Titration von Barbituraten 461
Genest, K., und C. G. Farmilo, Bestimmung der Opiumalkaloide Morphin, Codein, Thebain und Papaverin 238
George, R. S., siehe Sawyer, D. T.
Gerling, E. K., und Ju. A. Šukoljukov, Massenspektrometrische Bestimmung von Xenon 279
Geyer, R., K. Doerffel und H. Kirst, Ein besonders einfaches Verfahren der spektrochemischen Lokalanalyse 326 [Or]
Geyer, R., und G. Henze, Oxydimetrische Bestimmung des Wolframs nach Reduktion mit Zink 409 [Or]

Gierłowska, J., S. Kwiatkowska und A. Reinhercs, Bestimmung von Rutin 446
Gillis, J., und J. Eeckhout, Spektralanalytische Bestimmungsmethoden 39
Gispert-Benach, M., siehe Otero-de-la-Gándara, J. L.
Gladyšev, V. P., Bestimmung von elementarem Schwefel in Gesteinen und technischen Produkten 395
Glazer, W., Identifizierung von Wolfram und Molybdän nebeneinander im Metallzustand 134
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Gnauer, H., siehe Woidich, K.
Goddu, R. F., N. F. LeBlanc und C. M. Wright, Bestimmung von Steroidestern 317
Goldbaum, L. R., und M. A. Williams, Isolierung und Reinigung basischer Arzneistoffe aus Gewebe und Leber 399
Golden, S. B., siehe Katz, J.
Goldstein, G., D. L. Manning und O. Menis, Bestimmung von Aluminium in Thoriumoxyd, das Korrosionsprodukte von Stahl enthält 451
Gorden jr., R., siehe Hughes, E. E.
Gordon, H. T., und M. J. Huraux, Tüpfeltest zum Nachweis aromatischer Verbindungen 214
Gordon, L., siehe Block, J.
Gotô, H., und K. Hirokawa, Verwendung von Natriumalizarinsulfonat zur spektralphotometrischen Bestimmung von Titan in verschiedenen Industrieprodukten 389. — Bestimmung von Titan in Mangan, Ferromangan, Silicium, Ferrosilicium und Silicomangan 389
Gottfried, J., und J. V. Jakovlev, Bestimmung kleiner Cu-Beimengungen in Germaniummetall durch Aktivierungsanalyse 386
Gottschalk, G., Komplexometrische Aluminiumbestimmungen mit Dithizon als Indicator 192 [Or]
Grabar, P., und C. A. Williams, Immunelektrophorese 160
Graham, E. J., siehe Tsao, M. U.
Granatelli, L., Bestimmung von Schwefel in nichtolefinischen Kohlenwasserstoffen 456
Del Grande, P., siehe Vitali, M.
Granzer, E., Elektrophoretische Trennung von Peptid- oder Proteingemischen 462
Grassini, G., und M. Lederer, Papierelektrophoretische Trennung anorganischer Ionen 366
Grassmann, W., und L. Hübner, Papierelektrophoretische Technik 160
Grecu, I., V. Handelsmann und I. Bucerzan, Bestimmung von Amidopyrin in pharmazeutischen Zubereitungen 234
Greene, S. A., Trennung der Edelgasfraktionen bei der Rektifizierung von Luft 65
Greene, S. A., M. L. Moberg und E. M. Wilson, Chromathermographische Analyse 66
Greger, J., siehe Skarżyński, J.
Gregorowicz, Z., S. Grochowski und J. Kubala, Photometrische Bestimmung von Nickel mit Dimethylglyoxim in Anwesenheit eines Oxydationsmittels 137
Grigor'ev, N. N., siehe Stoljarov, K. P.
Grim, E. C., siehe Kuck, J. A.
Grinjuk, T. I., Bestimmung von gelöstem Sauerstoff und der Atmungsintensität von Mikroorganismen 148
Grob, R. L., siehe Rosie, D. M.
Grochowski, S., siehe Gregorowicz, Z.
Grönwall, A., siehe Aronsson, T.
Grotheer, M. P., und J. L. Lambert, Bestimmung von Wismut in Legierungen 69
Grzędzicki, K., siehe Pompowski, T.
Gualandi, C., siehe Venturello, G.
Günthard, H. H., siehe Gäumann, T.
Gundermann, C., siehe Diemair, W.
Gupta, H. K. L., und N. C. Sogani, Bestimmung von 1—10 mg Eisen im Liter 297
Gupta, J., siehe Subbaraman, P. R.
Gupta, T. Ch., und A. K. Bhattacharya, Quantitative Estimations of Ferric Iron by Phosphoric Acid in Aqueous-Alcoholic Medium 428 [Or]

Haaland, J., Spektrochemische Analyse von Aluminium oder Aluminiumlegierungen 450
Hack, M. H., Chromatographische Untersuchung von Fettstoffen 150
Haddock, L. A., und L. G. Phillips, Bestimmung von α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure 215
Hagdahl, L., siehe Tiselius, A.
Hainberger, L., siehe Ballczo, H.
Hall, R. A., Destillationsvorrichtung für Halbmikromengen mit einstellbarem Rückflußverhältnis 374
Hamdy, M., siehe Issa, I. M.

HAMMAKER, E. M., siehe ADAMS, R. N.
HANDELSMANN, V., siehe GRECU, I.
HANDLEY, T. H., und C. L. BURROS, Bestimmung von radioaktivem Caesium in Gemischen von Kernspaltprodukten 117
HANNA, Z. G., siehe ROSSMANITH, K.
HANNIG, E., und W. KARAU, Trennung der Lokalanaesthetica Falicain, Cocain, Pantocain, Percain, Procain, Xylocain 239
HANNIG, K., Automatische Bestimmung von Aminosäuren 151
HANSON, D. N., und A. MAIMONI, Zusammensetzung binärer Gasgemische aus Stickstoff und Wasserstoff bzw. Deuterium 377
HARDON, H. J., H. BRUNINK und E. W. VAN DER POL, Bestimmung von Phenkaptone-Rückständen auf Obst und Gemüse 448
HARKINS, R. T., J. T. HARRIS und O. D. SHREVE, Identifizierung von Anstrichpigmenten 396
HARRIS, J. T., siehe HARKINS, R. T.
HARRIS, L. E., siehe VANNATTA, E. F.
HARRIS, R. J., siehe TENNEY, H. M.
HARRIS, W. F., und W. M. HICKAM, Bestimmung von Sauerstoff in Kupfer 382
HART, J. R., siehe FEINSTEIN, L.
HARTEL, J., siehe ULTEE jr., A. J.
HARTMANN, H., siehe SCHNEER, A.
HASHITANI, H., siehe KAMBARA, T.
HAUSDORFF, H. H., Gaschromatographische Technik 217
HAUSER, T. R., siehe SAWICKI, E.
HAYWOOD, L. J. A., und P. SUTCLIFFE, Bestimmung von Kupfer in hochlegierten Stählen 391
HEATON, W. B., und J. T. WENTWORTH, Qualitative und quantitative Analyse der Kohlenwasserstoffanteile in Auspuffgasen von Kraftfahrzeugen 377
HECHT, F., siehe KORKISCH, J.
HEGEDÜS, A. J., und M. DVORSZKY, Turbidimetrische Bestimmung von Phosphorspuren in Wolfram und anderen Metallen 453
HEGEDÜS, A. J., J. NEUGEBAUER und M. DVORSZKY, Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium-, Kalium- und Calciumspuren in Wolframmetall und -oxyden 452
HEILMANN, J., siehe BARROLLIER, J.
HEIMANN, W., siehe STROHECKER, R.
HELD, S., und S. SKALSKA, Bestimmung von Spuren Bor in Graphit 71. — Siehe auch SKALSKA, S., sowie ŚWIETOSŁAWSKA, J.
HELLSTRÖM, N., siehe RAPPE, C.
HENNIG, K., und R. BURKHARDT, Nachweis phenolartiger Verbindungen und hydroaromatischer Hydroxycarbonsäuren in Traubenbestandteilen, Wein und weinähnlichen Getränken 63
HENZE, G., siehe GEYER, R.
HERMANN, W., und K. RENKER, Automatisch registrierendes Scintillations-γ-spektrometer 370.
HESS, J., siehe VAN PILSUM, J. F.
HETZEL, K. W., Nachweis von schädlichen Gasen und Dämpfen in Bergbau und Industrie 378
HEUMANN, W. R., und B. BELOVIC, Bestimmung von Eisen 136
HEWSON, J., siehe SAINT, H. C. J.
HIBBS, L. E., und D. H. WILKINS, Bestimmung von Schwefel in Ferrosilicium 454. — Siehe auch WILKINS, D. H.
HICKAM, W. M., siehe HARRIS, W. F.
HIGUCHI, T., J. CONCHA und R. KURAMOTO, Bestimmung von Hydroxylgruppen 432
HILL, A. E., siehe ROSANOFF, M. A.
HILL, J. H., und M. J. MILES, Bestimmung von Zirkonium in Titan und Titanlegierungen 219
HIRN, C. F., siehe LUCCHESI, C. A.
HIROKAWA, K., siehe GOTÔ, H.
HISKEY, C. F., Differentialspektrophotometrie 62
HISKEY, C. F., J. RABINOWITZ und I. G. YOUNG, Differentialspektrophotometrie 62
HOFFMAN, I., siehe SCHNITZER, M.
HOFFMANN, G., Bestimmung des T-Wertes im Boden 73
HOFMANN, A., und F. TROXLER, Identifizierung von Psilocin 236
HOFSASS, H., siehe MEITES, L.
HOIGNÉ, J., und T. GÄUMANN, Dielektrische Messungen mit Hochfrequenztitrationsapparatur 369. — Siehe auch GÄUMANN, T.
HOLASEK, A., H. LIEB und K. WINSAUER, Mikrophotometer zur photometrischen und nephelometrischen Titration an kleinen Lösungsvolumina 363
HOLBROOK, W. B., siehe BOOMAN, G. L.
HOLMES, H. F., und M. J. JONCICH, Messung der Temperaturdifferenzen zwischen Anode und Kathode während einer Elektrolyse 367
HOLTER, J. B., S. LAKSHMANAN und J. C. SHAW, Bestimmung von flüchtigen Fettsäuren im Rinderblut 308

Horáček, J., und M. Černíková, Untersuchung der Fettstoffe menschlichen Hautfettes 150
Horák, V., Bestimmung von Carboxylsäure 212
Hornstein, I., siehe Schechter, M.
Houk, W. W., und L. Silverman, Röntgenspektrometrische Bestimmung von Eisen, Chrom und Nickel in rostfreien Stählen 454
Hoverath, A., siehe Radmacher, W.
Hoyme, H., siehe Bartels, U.
Hrdý, O., und J. Černý, Photometrische Untersuchung von Salicylsäurederivaten 230
Hsu, Pao-Lin, Lieh-Fang Sheh, Chien-Hwa Cheng und Ting-Chao Chang, Spektrographische Bestimmung kleiner Mengen von La, Pr, Ne, Y in Cer 284
Huber, H., siehe Kainz, G.
Hübner, L., siehe Grassmann, W.
Hughes, E. E., und R. Gorden jr., Schnellbestimmung von Acetylen in der Luft 376
Hughes, R., siehe Whitaker, J. R.
Hulanicki, A., siehe Kemula, W.
Hunter, G., Bestimmung von Calcium und Magnesium in Blut und Cerebrospinalflüssigkeit 145
Huraux, M. J., siehe Gordon, H. T.
Hurd, B. G., siehe Kniseley, R. H.

Iachan, A., und J. C. Perrone, Chromatographische Trennung neutraler Aminosäuren an Cellulosesäulen 153
Iacob, A., siehe Murea, L.
Ichimura, S., siehe Shimizu, M.
Ievinš, A. P., siehe Veis, A. P.
Ingamells, C. O., Bestimmung von Mangan in Erzen, Stählen und anderen Proben 455
Ingamells, C. O., und E. B. Sandell, Bestimmung von Spuren Tellur mit Eisenphenanthrolin 133
Inouye, Y., und Noda, M., Bestimmung von Fettstoffen 150
Isăcescu, D. A., S. Biller und M. Macavei-Beştelei, Colorimetrische Bestimmung von Furfurol mit Anthranilsäure 440
Ishibashi, M., und T. Fujinaga, Derivative Polarographie 47
Ishibashi, M., T. Nagai, T. Fujinaga und W. Funasaka, Bestimmung von Wismutspuren in reinem Silber 384
Issa, I. M., M. G. E. Allam und M. M. A. Amer, Oxidation with Manganate Solutions. II. Reduction of Manganate with Quadrivalent Tellurium 87 [Or]
Issa, I. M., und M. Hamdy, Oxidations with Potassium Permanganate in the Presence of Fluoride. I. Direct Titration of Quadrivalent Tellurium with Potassium Permanganate in Acid Medium in the Presence of Socium Fluoride 94 [Or]. — Oxidations with Potassium Permanganate in the Presence of Fluoride. II. Determination of Quadrivalent Selenium 162 [Or]
Issa, I. M., H. Khalifa und M. G. E. Allam, Oxidation with Manganate Solutions. I. Reduction of Manganate with Trivalent Arsenic 21 [Or]
Itsuki, K., und F. Suzuki, Polarogramm von Kupfer und Zink 281
Itsuki, K., F. Suzuki und F. Sato, Analyse von Blei in Rohkupfer 382
Ivanova, Z. I., und P. N. Kovalenko, Potentiometrische Titration von Phosphationen 292
Iwasaki, I., S. Utsumi und T. Ozawa, Colorimetrische Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen 229
Iwata, I., Bestimmung von geringen Mengen Halogen in Nahrungsmitteln 441

Jacimirskij, K. B., und L. P. Afanasjeva, Bestimmung von Tantal durch katalytische Reaktion 62
Jacimirskij, K. B., O. M. Drobyševa und V. I. Rigin, Bestimmung kleiner Mengen von Tantal durch katalytische Reaktion 62
Jackson, E., Bestimmung von Rhodium und Iridium nebeneinander 139
Jackwerth, E., siehe Specker, H.
Jacobs, W. D., und J. H. Yoe, Simultanbestimmung von Spuren Co, Ni und Cu in Al-, Al-Si- und Fe-Si-Legierungen 385
Jahns, W., und G. Weidmann, Bestimmung geringer Sauerstoffgehalte in Natrium 449
Jain, P. C., und G. S. Rao, Spektralphotometrische Bestimmung von Uran mit Resorcin 127
Jakovlev, J. V., siehe Alimarin, I. P., sowie Gottfried, J.
James, H. I., siehe Sugihara, T. T.
Janák, J., R. Komers und J. Šíma, Gaschromatographische Trennung einwertiger Phenole 216

Janák, J., M. Krejčí und H. E. Dubský, Chromatographische Trennung von Phenolen 217
Jančik, F., B. Kakáč und C. Vaníček, Bestimmung von Monomethylharnstoff neben Dimethylharnstoff 144
Janicki, J., und E. Kaminski, Chemische Bestimmung von Riboflavin 444
Janko, A., und Z. Zagórski, Anwendbarkeit der Röntgenstrukturuntersuchung nach Debye-Scherrer zur Identifizierung kristalliner Phasen in der chemischen Analyse 38
Janowski, A., siehe Kemula, W.
Jarabin, Z., siehe Szarvas, P.
Jedlíčka, V., und A. Pašek, Bestimmung von Spuren Blausäure in Nahrungsmitteln und anderen Materialien 443
Jewsbury, A., Bestimmung von Silicium in Fluoriden 71
Jindra, A., und F. Balák, Analyse von Antipyreticis 235
Johncock, P., W. K. R. Musgrave und A. Wiper, Bestimmung von Halogenen in organischen Fluor- und Chlorverbindungen 304
Johnson jr., H. W., und F. H. Stross, Bestimmung der Säulenwirksamkeit in der Gas-flüssig-Chromatographie 41
Johnson, J. B., siehe Critchfield, F. E.
Johnson, J. E., siehe Salomon, L. L.
Johnson-Richard, M., siehe Fritz, J. S.
Joncich, M. J., siehe Holmes, H. F.
Joshi, N. R., siehe Subbaraman, P. R.
Judd, S. H., siehe Nicksic, S. W.
Jungreis, E., siehe Feigl, F.

Kabasakalian, P., und J. McGlotten, Polarographische Oxydation von Beruhigungsmitteln aus der Klasse der Phenothiazine 232
Kabasakalian, P., E. R. Townley und M. D. Yudis, Bestimmung der Hydroxyl-Äquivalente in Steroiden durch Infrarotspektroskopie 315
Kainz, G., und H. Huber, Aufklärung von Reaktionen, welche bei der Aminostickstoffbestimmung anomale Resultate verursachen 301. — Reaktion von Lactamen mit salpetriger Säure 302
Kaiser, F., und A. Popelak, Auftrennung der Rauwolfia-Alkaloide 239
Kaiser, He., und H. Specker, Fehlerkontrolle bei Serienanalysen 202
Kajiyama, R., siehe Kawahata, M.
Kakáč, B., siehe Jančik, F.
Kalobichin, V. A., Chromathermographische Analyse von Kontaktgasen 66
Kambara, T., und H. Hashitani, Extraktion von Aluminiumoxinat 284
Kámen, K., und L. Oplištil, Spektrophotometrische Bestimmung von Toluolsulfamid nebeneinander in technischen Produkten 458
Kaminski, E., siehe Janicki, J.
Kanwisher, J. W., siehe Carritt, D. E.
Kapeller-Adler, R., Bestimmung von Histidin 312
Karabaš, A. G., Š. I. Pejzulaev, R. L. Sljusareva und V. M. Lipatova, Analyse von Beryllium und Berylliumoxyd hoher Reinheit 384
Karau, W., siehe Hannig, E.
Karplus, R., siehe Lingane, J. J.
Katz, J., und S. B. Golden, Bestimmung von Schwefel-35 in biologischem Material 149
Kawahata, M., H. Mochizuki und R. Kajiyama, Polarographische Analyse von Stählen 70
Keen, R. T., siehe Baxter, R. A.
Kelker, H., β,β'-Oxydipropionitril und Hexaäthylenglykol-dimethyläther als stationäre Phasen in der Gaschromatographie 198
Kelley, M. T., R. W. Stelzner, W. R. Laing und D. J. Fisher, Coulometrische Bestimmung von Wasser nach Karl Fischer 204
Kemula, W., S. Brzozowski und K. Butkiewicz, Differentielle Polarographie zur Registrierung von Konzentrationsänderungen im Eluat chromatographischer Säulen 46
Kemula, W., A. Hulanicki und A. Janowski, Colorimetrische Bestimmung von Chlorid in Wasser 381
Kemula, W., und A. Janowski, Bestimmung von Quecksilber(II) mit Diphenylcarbazon 123
Kennedy, J., und V. J. Wheeler, Trennung des Berylliums von mehrwertigen Kationen 281
Kern, D. M., siehe Phillips, S. L.
Kerr, R. W., und O. R. Trubell, Bestimmung von Amylose und Amylopektin 442
Kershaw, F. G., siehe Strafford, N.
Keulemans, A. I. M., A. Kwantes und G. W. A. Rijnders, Gaschromatographische Technik 217

Khalifa, H., A. M. Amin und F. A. Osman, The Acid-Base Properties of Fast Grey R. A. 167 [Or]. — Siehe auch Issa, I. M.
Kiełczewski, W., Mikrobestimmung von Natriumpyrophosphat 57
Kirst, H., siehe Geyer, R.
Kito, E., siehe van Pilsum, J. F.
Kitson, R. E., und M. G. Mellon, Bestimmung von Magnesium 455
Klejner, K. E., siehe Markova, L. V.
Kley, W., siehe Schulz, M. E.
Kling, R., und J. Lindeman, Bestimmung von Arsen in technischem Calciumarsenat 77
Klipp, R. W., und J. E. Barney II, Bestimmung von Schwefelspuren in Naphtha 457
Knappe, E., und V. Böckel, Komplexometrische Bestimmung von Calcium im Urin 305
Kniseley, R. H., V. A. Fassel, R. W. Tabeling, B. G. Hurd und B.-B. Quinney, Quantitative spektrographische Analyse Seltener Erden 124
Kobrle, V., und R. Zahradník, Untersuchung von Fettstoffen 150
König, K., siehe Pohloudek-Fabini, R.
Körbl, J., Überblick über die Fortschritte der Komplexometrie 51
Körös, E., siehe Schulek, E.
Koljubjakina, A. I., siehe Turkel'taub, N. M.
Kolor, M. G., siehe Roberts, H. R.
Kołyga, S., siehe Minczewski, J.
Komers, R., siehe Janák, J.
Kondos, A. C., und G. L. McClymont, Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff in Blut 150
Kooi, M., siehe Lansky, S.
Korkisch, J., P. Antal und F. Hecht, Adsorption des Urans aus salzsaurer alkoholischer Lösung am stark basischen Anionenaustauscher Dowex-1. Bestimmung von Mikrogrammengen Uran in festen Proben 401 [Or]
Koršun, M. O., und E. A. Bondarevskaja, Bestimmung von Sauerstoff bei der Mikroelementaranalyse 303
Korus, W., siehe Schriefers, H.
Kovalenko, P. N., siehe Ivanova, Z. I.
Kowalczyk, J., Apparat zur kontinuierlichen papierelektrophoretischen Trennung von Stoffen 44, 395
Kowalczyk, T., siehe Rafałowska, H.
Kowalska, H., siehe Opieńska-Blauth, J.
Krall, G., siehe Ciuhandu, Gh.
Krasnova, Z. A., siehe Cimmergakl, V. A.
Kraus, G., siehe Feigl, F.
Kraus, K. A., und G. E. Moore, Bestimmung von Nickel 391
Kraus, K. A., und F. Nelson, Bestimmung von Nickel 391
Kraus, Lj., Bestimmung von Frangula-Emodin 232
Krawczyk, W., siehe Zagórski, Z.
Kraychy, S., siehe Gallagher, T. F.
Krecke, F. C., siehe Seebaum, H.
Krejcar, E., Bestimmung von metallischem Nickel neben Nickeloxyd in Nickelkatalysatoren 70
Krejčí, M., siehe Janák, J.
Kriege, O. H., siehe MacNevin, W. M.
Kromrey, W., Quantitative Sedimentationsanalyse 202
Krotkov, G., siehe Runeckles, V. C.
Krugers, J., Verbesserung der Meßtechnik in der derivativen Polarographie 47
Kubala, J., siehe Gregorowicz, Z.
Kubo, S., und C. Tsutsumi, Bestimmung von Calcium in Wasser und Pflanzenaschen 380
Kuck, J. A., und E. C. Grim, Bestimmung von Bor in organischen Verbindungen 140
Kühn, W., Feuchtigkeitsbestimmung in Stein- und Braunkohle, Sand, Holz und Salzen 227
Künzer, W., und E. Ambs, Beweglichkeit verschiedener Hämoglobinderivate bei der Hochspannungselektrophorese 464
Kulawic, D., siehe Amberg, C. H.
Kuperstein, S., siehe Ohlweiler, O. A.
Kuramato, R., siehe Higuchi, T.
Kurbatov, D. I., Polarographische Bestimmung von Niob in Phosphorsäurelösungen 60
Kusaka, Y., Apparatur für Neutronen-Aktivierungsanalyse mit einer Radium-Beryllium-Neutronenquelle 199
Kushinsky, S., J. A. Demetriou, W. Nasutavicus und J. Wu, Trennung von Oestrogengemischen aus Harnextrakten 158
Kuznecov, V. I., Untersuchung von Uran- und Thoriumsalzen mit 2-Arseno-2-hydroxy-azoverbindungen 128
Kwantes, A., siehe Keulemans, A. I. M.
Kwiatkowska, S., siehe Gierłowska, J.

Kyryacos, G., H. R. Menapace und C. E. Boord, Gaschromatographische Analyse oxydierter Produkte aus n-Hexan in Luft in einer „kühlen Flamme" 66

Łada, Z., und K. Malinowska, Wasserbestimmung nach Karl Fischer 203
Łada, Z., und K. Usiekniewicz, Schnellbestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 140
Laing, W. R., siehe Kelley, M. T.
Lakshmanan, S., siehe Holter, J. B.
Lambert, J. L., siehe Grotheer, M. P.
Lane, jr. G. H., siehe Friedland, S. S.
Langer, T., siehe Woidich, K.
Lansky, S., M. Kooi und T. J. Schoch, Bestimmung von Amylose und Amylopektin 442
Larsen, R. P., Lösen von Uranmetall und seinen Legierungen 452
Larsen, R. P., und L. E. Ross, Bestimmung von Ruthenium als Perruthenat 138
Lasiewicz, K., und B. Byczyńska, Analyse der Ammoniumsalze von Amidosulfat, Imidosulfat, Nitrilosulfat und Sulfat 132
Laskowski, D. E., und O. W. Adams, Identifizierung einwertiger Alkohole mit Hilfe der Schmelzpunktskriterien 142
Lauer, R. S., und N. S. Poluektov, Chromatographische Mikrobestimmung von einzelnen Seltenen Erden im Gemisch 284
Laws, E. Q., und D. J. Webley, Bestimmung von Rückständen von Metasystox in Kartoffeln, Salat, Kohl und Rosenkohl 78
LeBlanc, N. F., siehe Goddu, R. F.
Lederer, M., siehe Grassini, G.
Leemann, H. G., siehe Mathies, L.
Lees, M., siehe Folch, J.
Lefort, M., und X. Tarrago, Gaschromatographische Bestimmung von O, N und NO in Mischungen von N und seinen Oxyden 42
Legrand, P. Ph., Identifizierung kleiner Mengen synthetischer Lebensmittelfarbstoffe durch Mikroelektrophorese 64
Leininger, E., siehe Rolf, R. F.
Leithe, W., Untersuchung von Paraffinen 227
Levi, L., siehe Chatten, L. G.
Levin, E. S., siehe Pozdyšev, V. A.
Levine, V. E., und R. N. Sass, Farbreaktion von Pyridoxal mit Schwefelsäure 445
Lickint, F., und M. Büchner, Bestimmung von cancerogenen Kohlenwasserstoffen 158
Lieb, H., siehe Holasek, A.
Lilga, K., siehe Woernley, D. L.
Lillelund, H., siehe Veibel, S.
Lindeman, J., siehe Kling, R.
Lindsey, A. J., Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen 436
Lindström, O., Bestimmung kleinster Mengen Quecksilber in Urin 306
Lingane, J. J., und R. Karplus, Bestimmung von Mangan 455
Linn, R. A., siehe Williams, L. A.
Lipatova, V. M., siehe Karabaš, A. G.
Liptschinsky (Lipčinsky), A., siehe Sagortschew, B.
Ljalikov, Ju. S., siehe Bardin, M. B.
Loeb, J., siehe Fine, J. M.
Long, C., und D. A. Staples, Bestimmung von Neuraminsäure in Rohextrakten von Gehirnfettstoffen 155
Longman, R. T., siehe Friedland, S. S.
Loomis, W. F., Bestimmung des Kohlendioxyddrucks in biologischen Flüssigkeiten 146
Lord jr., S. S., und L. B. Rogers, Imprägnierte Graphitelektrode 49
Lorenz, J., Bestimmung von Serumeisen 307
Lorenzini, A., siehe Malatesta, P.
Lovelock, J. E., siehe Zlatkis, A.
Lowrey, G. H., siehe Tsao, M. U.
Lucarelli, A., siehe Boffi, V.
Lucchesi, C. A., J. A. Stearns und C. F. Hirn, Bestimmung von Kupfer in Kupferlinoleat 75
Luce, E. N., siehe Marquard, R. P.
Luskina, B. M., siehe Terent'ev, A. P.
Lutochina, N. V., siehe Babko, A. K.
Lutwack, R., siehe Swift, E. H.
Lutwak, L., Bestimmung von Calcium-45 in biologischen Flüssigkeiten 306
Lyon, R. J. P., siehe Tuddenham, W. M.

Macavei-Beştelei, M., siehe Isăcescu, D. A.
McClymont, G. L., siehe Kondos, A. C.
McComas, W. H., siehe Seaman, W.
McGlotten, J., siehe Kabasakalian, P.
Machovičová, F., und V. Parrák, Trennung von Papaverin und seinen Oxydationsprodukten 238

McLafferty, F. W., Konstitutionsaufklärung mit dem Massenspektrometer 52
McMillion, C. R., und H. A. Brown Dunning jr., Identifizierung von Fluorescein- und Phenolphthaleinderivaten 440
MacNevin, W. M., und O. H. Kriege, Bariumthiosulfat-monohydrat als Urtitersubstanz in der Jodometrie 205
McOmié, J. W. F., siehe Pollard, F. H.
Macovschi, E., und D. Moţet-Grigoraş, Potentiometrische pH-Bestimmung mit Polarographen 369
Madievskaja, N. N., und A. Ja. Brailovskij. Bestimmung von Lipoproteiden im Blutserum durch Papierelektrophorese 155
Maimoni, A., siehe Hanson, D. N.
Majumdar, A. K., und B. R. Singh, Papierelektrophoretische Trennung der Erdalkalimetalle 366
Malatesta, P., und A. Lorenzini, Mikrobestimmung von Chlorisonitrosoaceton und Dichlorformoxim 143
Malinowska, K., siehe Łada, Z.
Malinowski, J., Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Maljutina, T. M., siehe Dobkina, B. M.
Malmstadt, H. V., und J. D. Winefordner, Bestimmung von Chlorid 296
Mangeney, G., siehe Bilger, X.
Mangu, M., siehe Vasiliev, R.
Manhouri, H., siehe Delsal, J.-L.
Manning, D. L., siehe Goldstein, G.
Marcille, M. R., Analyse stark mineralsalzhaltiger Wässer 380
Marczenko, Z., Trennung von Kupfer von Zinn und Antimon mit Ionenaustauschern bei der Analyse von Kugellagerlegierungen auf Bleibasis 68
Markova, L. V., und K. E. Klejner, Bestimmung von Natrium durch Extraktionstitration 117
Maros, L., siehe Schulek, E.
Marquard, R. P., und E. N. Luce, Bestimmung von 2,2-Dichlorpropionsäure, 2-Chlorpropionsäure und 2,2,3-Trichlorpropionsäure 215
Marrian, G. F., siehe Gallagher, T. F.
Marriott, J. E., Bestimmung von Jod-131 in Urin 149
Martin, N. H., Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und Trennschärfe der Papierelektrophorese 43
Martin, R. P., siehe van Pilsum, J. F.
Martinez. F. B., siehe Bermejo-Martínez, F.
Mathies, L., und H. G. Leemann, Quantitative, spektrophotometrische Bestimmung von Apoatropin neben Atropin 430 [Or]
Matrka, M., und F. Navrátil, Colorimetrische Bestimmung von Nitrit 55
Matsumae, T., Fluorimetrische Bestimmung von Indium mit Neothoron 287. — Maßanalytische Bestimmung von Indium 288. — Gravimetrische Bestimmung von Indium mit 8-Hydroxychinaldin 288
Matt, F., siehe Strohecker, R.
Maurice, M. J., Bestimmung von Magnesium in Gegenwart großer Zinkmengen 120
Maxim, I., siehe Gălăteanu, I.
Mayer, A., C. W. Picard und F. Wokes, Papierchromatographische Studien an Vitamin D 64
Mazzei, I., siehe Venturello, G.
Mehlich, A., Bestimmung des T-Wertes im Boden 73
Meier, D. J., siehe Swift, E. H.
Meites, L., Coulometrische Analyse 368
Meites, L., und H. Hofsass, Polarographische Analyse von Chloratlösungen 134
Meites, L., und S. A. Moros, Notwendige Korrekturen bei coulometrischen Analysen mit kontrolliertem Potential 45
Mellon, M. G., siehe Kitson, R. E.
Menapace, H. R., siehe Kyryacos, G.
Menis, O., T. C. Rains und J. A. Dean, Flammenphotometrische Bestimmung von Lanthan 125. — Siehe auch Eshelman, H. C., sowie Goldstein, G.
Menke, K. H., Zur photometrischen Auswertung von Farbreaktionen auf Papier. Ein einfaches Verfahren zur quantitativen Aminosäurebestimmung 423 [Or]
Merrit, L. L., R. T. Cady und B. W. Mundy, Röntgenographische Untersuchung von 8-Hydroxychinolin und seinem Kupferchelat 281
Merz, W., Bestimmung von Phosphor und Halogenen 302
Messner, A. E., und L. B. Eddy, Bestimmung von Natrium neben Natriumhydrid in Mineralölproben 398
Messner, A. E., D. M. Rosie und P. A. Argabright, Abhängigkeit der relativen Wärmeleitfähigkeit von Molekulargewicht und Struktur 41

van der Meulen, J. C., Reagens nach Karl Fischer 203
Meyer, jr. A. S., und C. M. Boyd, Bestimmung kleiner Mengen Wasser in stark basischen Aminen 203, 204
Michaelis, P., Bestimmung von Schwefelwasserstoff in Koksofengasen 66
Michalski, E., Amperometrische Titration ohne angelegte Spannung 47
Michalski, E., und Z. Galus, Bestimmung von Calcium 121
Michalski, E., und W. Ruskul, Amperometrsiche Bestimmung von Wismut 58
Michalski, E., und W. Stapor, Amperometrische Bestimmung von Thallium 130
Michalski, E., und M. Turowska, Verwendung von Diacridinderivaten als Chemiluminescenzindicatoren 209
Miles, M. J., siehe Hill, J. H.
Miller, G. L., Fehlerquelle bei der Bestimmung reduzierender Zucker 441
Miller, G. L., und C. L. Cummings, Automatische Registrierung colorimetrische Meßwerte 40
Milner, G. W. C., und J. W. Edwards, Polarographische Bestimmung von Uran 127
Milun, A. J., siehe Babcock, M.
Minami, E., und K. Watanuki, Mikrotitration von Sulfationen mit Bariumrhodizonat als Phasengrenzindicator 293
Minczewski, J., Endpunktsermittlung bei potentiometrischen Titrationen 44
Minczewski, J., und A. Fołdzińska, Bestimmung kleiner Mengen radioaktiver Präparate 50
Minczewski, J., und S. Kołyga, Chrom(II)-acetat als Reduktionsmittel in nichtwäßriger Lösung 200. — Bestimmung von Uran neben Vanadium, Chrom und Eisen 128
Mirsky, A. E., siehe Daly, M. M.
Mitjureva, T. T., und A. T. Nižnik, Bestimmung von Gallium in Produkten der Blei- und Zinkverarbeitung 388
Mitsui, T., und H. Sato, Silberwolle zur Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 210
Moberg, M. L., siehe Greene, S. A.
Mochizuki, H., siehe Kawahata, M.
Mochov, L. A., Ju. F. Udalov und V. S. Chalturin, Quantitative Bestimmung von Nitrit 291
Moddes, R. E. J., und J. W. Cook, Extraktion von Parathion und Diazinon aus Salat und ihre Identifizierung 79
Mohrhauer, P., siehe Radmacher, W.
Moinat, P., W. Appel und E. F. Tuller, Bestimmung der Lipoproteine durch Papierelektrophorese 313
Moll, H., siehe Dahn, H.
Moore, G. E., siehe Kraus, K. A.
Moore, S., und W. H. Stein, Trennung von Aminosäuren 151. — Siehe auch Spackman, D. H.
Moračevskij, Ju. V., und I. A. Cerkovnickaja, Trennung und Bestimmung von Thorium neben Uran, Seltenen Erden und Blei mit Anthranilsäure 286
Mori, H., siehe Shimizu, M.
Mori, K., siehe Nakamura, M.
Moros, S. A., siehe Meites, L.
Morozova, N. G., Bestimmung von Uran in technischen Produkten 392
Morris, J. B., und J. M. Schempf, Reproduzierbar arbeitende Graphitelektrode für voltammetrische Messungen 49
Moser, W., siehe Donaldson, J. D.
Moţet-Grigoraş, D., siehe Macovschi, E.
Moullec, J., siehe Fine, J. M.
Moustafa, A. S., siehe Abd El Raheem, A. A.
Moyer, H. V., siehe Caldwell, J. R.
Müller, M., siehe Dressler, A.
Mukherji, A. K., und B. R. Sant, Hochfrequenztitration von Silber, Quecksilber(II) und Rhodanid 370. — Mikronachweis von Tetraphenyloborat 218. — Siehe auch Sant, B. R.
Mukherji, S. P., siehe Parikh, P. M.
Mundy, B. W., siehe Merrit, L. L.
Munk, H., Photometrische Bestimmung von Magnesium in Pflanzensubstanzen 396
Muraca, R. F., siehe Burns, E. A.
Murakami, T., Bestimmung von Schwefelsäure im Acetylierungsgemisch aus Essigsäure und Essigsäureanhydrid 458
Murea, L., Bestimmung von Vitamin B_1 443
Murea, L., A. Iacob und I. Calafeteanu, Bestimmung von Nicotinsäure und Nicotinsäureamid in pharmazeutischen Präparaten 235
Murray, B. B., und R. C. Axtmann, Bestimmung von Wasser in Tributylphosphat 458

Musgrave, W. K. R., siehe Johncock, P.
Musha, S., und K. Ogawa, Ferron als Indicator zur komplexometrischen Bestimmung von Eisen(III) 297
Musha, S., und K. Sugimoto, Säure-Base-Indicatoren 208
Musil, A., und G. Weidmann, Bestimmung der Verteilungskoeffizienten von Praseodym und Neodym im System n-Tributylphosphat und Salpetersäure 32 [Or]

Nabar, G. M., und C. R. Ramachandran, Colorimetrische Bestimmung von Perchlorat 135
Nabivanec, B. I., Colorimetrische Bestimmung von Molybdän als Rhodanidkomplex 293
Nagai, T., siehe Ishibashi, M.
Nakamura, M., Bestimmung von Phosphaten 463
Nakamura, M., und K. Mori, Bestimmung anorganischer Phosphate in Gegenwart von Glucose-1-phosphat oder Adenosintriphosphat 463
Nakamura, S., und T. Ueta, Immunreaktionen 160. — Nachweis der Enzym-Substrat-Verbindungen 160
Napier, K. H., siehe Anderson, J. R.
Nasutavicus, W., siehe Kushinsky, S.
Natelson, S., und S. L. Bender, Grundlagen und Instrumentation der Röntgenfluorescenzanalyse 38
Navrátil, F., siehe Matrka, M.
Nazarenko, V. A., und Šustova, M. B. Fluorimetrische Bestimmung von Sulfat und spektralphotometrische Bestimmung von Thorium mit Salicylfluoron 131
Neerman, J. C., und F. R. Bryan, Untersuchung der Gasblasen in Spiegelglas 396
Nelson, F., siehe Kraus, K. A.
Nesheim, E. D., und J. W. Cook, Analyse organischer Phosphorinsecticide durch die Cholinesterase Hemm-Methode 80
Neugebauer, J., siehe Hegedüs, A. J.
Neumann, F., siehe Bode, H.
Nicholls, M. J., siehe Peat, S.
Nicholson, M. M., Voltammetrische Bestimmung von Rhodanid an der stationären Platinelektrode 52
Nickless, G., siehe Pollard, F. H.
Nicksic, S. W., und S. H. Judd, Bestimmung von p,p'-Dioctyldiphenylamin in hydraulischen Ölen 398
Nielsen, M. L., und W. W. Nielsen, Bestimmung der vier Phosphorstickstoffsäuren 57
Nielsen, W. W., siehe Nielsen, M. L.
Nightingale jr., E. R., Spektralphotometrische Schnellbestimmung von Mangan 296
Niki, E., siehe Takahashi, T.
Nižník, A. T., siehe Mitjureva, T. T.
Noda, M., siehe Inouye, Y.
de Nooyer, J. A., und G. B. Smit, Bestimmung des Gesamtsalzgehaltes von Kesselwasser durch Leitfähigkeitsmessungen 68
Norris, M. S., und J. G. O'Connor, Auftrennung des Paraffin-Cycloparaffinanteils von Naphtha in Normal-, Iso- und Cycloparaffin 74
Norymberski, J. K., siehe Brooks, C. J. W.
Novák, J., siehe Doležal, J.
Nozaki, T., und K. Ueno, Bestimmung von Chrom in Eisen und Stahl 220
Numata, K., siehe Fujita, A.

Ochab, S., siehe Rafałowska, H.
O'Connor, J. G., siehe Norris, M. S.
Odencrantz, J. T., und W. Rieman III, Bestimmung von Arsen in Insecticiden 77
O'Driscoll, K. F., siehe Tobolsky, A. V.
Oertel, G. W., und K. B. Eik-Nes, Reinigung von Papierextrakten aus Chromatogrammen von Steroiden 316. — Bestimmung von Δ^5-3-β-Hydroxy-steroiden 316
Offergeld-Jardinier, M., siehe Bouillon, F.
Ogawa, K., siehe Musha, S.
Ohlweiler, O. A., J. de Oliveira Meditsch und S. Kuperstein, Titration von Chlor nach Volhard 295
Okáč, A., und M. Šimek, Oxydationsprodukte des Nickel-Diacetyldioxims 138
Olempska, Z., siehe Buchowski, H.
de Oliveira Meditsch, J., siehe Ohlweiler, O. A.
Oliver, W. T., und H. S. Funnell, Bestimmung von Arsentrioxyd in biologischem Material 148
Olpínski, W., Calorimeter zur Messung der Wärmetönung langsam verlaufender Reaktionen 209
O'Neal jr., M. J., siehe André, M. L., sowie Friedland, S. S.
Opieńska-Blauth, J. Farbreaktion von Aminosäuren mit Isatin u.a. 310

Opieńska-Blauth, J., H. Kowalska und M. Pietrusiewicz, Farbreaktion von Aminosäuren mit Ninhydrin, Isatin und Alloxan 311
Oplištil, L., siehe Kámen, K.
Osman, F. A., siehe Kkalifa, H.
Ossenberg-Neuhaus, H., siehe Rauterberg, E.
Otero-de-la-Gándara, J. L., und M. Gispert-Benach, Analyse von schwerem Wasser 67
Ottolini, A. C., Bestimmung von Magnesium in Gußeisen 390
Owens II, E. G., und J. H. Yoe, Bestimmung von Aluminium mit 2-Chinizarinsulfonsäure 123
Ozawa, T., siehe Iwasaki, I.

Pancrazio, G., siehe Vitali, M.
Pande, C. S., und T. S. Srivastava, Analytical Aspects of some Organic Acids. Part IV. Direct Complexometric Titration of Iron(III) with EDTA using 2-Hydroxy-3-Naphthoic Acid as Indicator 356 [Or]
Panusz, H., siehe Skarżyński, J.
Pappas, B. A., siehe Duerr, J. D.
Paprocka, B., siehe Rafałowska, H.
Parikh, P. M., D. J. Vadodaria und S. P. Mukherji, Colorimetrische Bestimmung von Dithranol 460
Parrák, V., siehe Machovičová, F.
Pašek, A., siehe Jedlička, V.
Pasovskaja, G. B., Bestimmung von Magnesium, Sulfat, Chlorid, Carbonat- und Gesamthärte in Wasser 379
Patel, R. D., R. S. Patel und R. P. Patel, Bestimmung von Amylose und Amylopektin in verschiedenen Stärkearten 442
Patel, R. P., siehe Patel, R. D.
Patel, R. S., siehe Patel, R. D.
Pavlíková, M., und J. Zýka, Reduktometrische Bestimmung von Kupfer mit Hydrochinon 321 [Or]
Payne, E., siehe Dunstone, J. R.
Peat, S., E. J. Bourne und M. J. Nicholls, Bestimmung von Amylose und Amylopektin 442
Peive, J. V., Bestimmung von Spurenelementen im Boden 224
Pejzulaev, Š. I., siehe Karabaš, A. G.
Pekola, J., siehe Farnsworth, M.
Pellerin, F., Acidimetrische Titration in nichtwäßrigem Medium 372. — Siehe auch Gautier, J.-A.
Pender, H. W., Gravimetrische Bestimmung von Aluminium als Natriumfluoroaluminat 450
Peregud, E. A., und B. S. Bojkina, Mikrobestimmung von Fluormonoxyd in der Luft 65
Pernarowski, M., siehe Chatten, L. G.
Perrin, C. H., Schnellbestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 140
Perrone, J. C., siehe Iachan, A.
Peters, B. W., siehe Thompson, J. H.
Pette, D., Mikroelektrophorese des Liquor cerebrospinalis 150
Phillips, L. G., siehe Haddock, L. A.
Phillips, S. L., und D. M. Kern, Coulometrische Bestimmung von Vanadium (V) 292
Picard, C. W., siehe Mayer, A.
Pietrusiewicz, M., siehe Opieńska-Blauth, J.
Pietzka, G., und H. Chun, Überblick über Störungen bei der quantitativen flammenphotometrischen Analyse 40
Pikaeva, V. L., Chromatographische Trennung von aromatischen Carbonylverbindungen 439
van Pilsum, J. F., R. P. Martin, E. Kito und J. Hess, Bestimmung von Kreatin und Kreatinin 153
Pineau, J., siehe Gautier, J.-A.
Piron, J., siehe Bouillon, F.
Písecký, J., siehe Čůta, F.
Pizzorno, L. N., Bestimmung von Coffein 237
Pliška, V., siehe Vepřek-Šiška, J.
Pohloudek-Fabini, R., und K. König, Titration von Ephedrinhydrochlorid in nichtwäßrigem Medium 237
van der Pol, E. W., siehe Hadorn, H. J.
Poletaev, M. I., und N. A. Andreeva, Colorimetrische Bestimmung von Ammoniak in der Luft 375
Pollard, F. H., J. W. F. McOmie und G. Nickless, Trennung und Bestimmung kleiner Mengen Thallium, Silber, Blei, Zink, Cadmium, Kupfer, Kobalt, Nickel, Mangan, Eisen, Wismut, Uran und Quecksilber 288
Poluektov, N. S., siehe Lauer, R. S.
Pompowski, T., und K. Grzędzicki, Papierelektrophorese zur Bestimmung einiger Mikrokomponenten des Bodens 395
Ponomarev, A. I., und A. Ja. Šeskolskaja, Bestimmung von Niobium neben Wolfram 388
Popelak, A., siehe Kaiser, F.
Popowicz, J., siehe Sikorska-Tomicka, H.
Porter, C. C., Bestimmung von Benzimidazolon in biologischem Material 464

Pozdyšev, V. A., und E. S. Levin, Bestimmung der Isomeren des Nitrochlorbenzols nebeneinander 437
Preston. P. F., siehe Elliot, C. R.
Price, D., und F. R. Coe, Bestimmung kleiner Chloridmengen in Titan und Zirkonium 68. — Analyse von Papier, Pappe und ähnlichem Material sowie Wasseranalyse auf Chlorid 69
Pritchett, J. W., siehe Block, J.
Proctor, K. A., siehe Brealey, L.
Pšenicyn, N. K., und N. A. Ezerskaja, Amperometrische Titration kleiner Iridiummengen 298
Pszonicki, L., siehe Czakow, J.
Pszonka, B., und K. Sarnecki, Bestimmung der Hexosen und Pentosen in Sulfitablaugen 76
Puche, R. C. T., Bestimmung von Naturfarbstoffen, die zum Färben von Lebensmitteln verwendet werden 447. — Papierchromatographie von Patentblau und Säuregrün J 460
Püschel, A., siehe Eckhard, S.
Pungor, E., siehe Schulek, E.
Purr, A., Fremdfettbestimmung in Kakaoerzeugnissen 442
Puzdrenkova, I. V., siehe Alimarin, I. P.
Pyke, B. H., und E. S. Swinbourne, Lösungswärmen von Benzol, Cyclohexen, Cyclohexan und Cyclopenten 436

Quinney, B.-B., siehe Kniseley, R. H.

Rabinowitz, J., siehe Hiskey, C. F.
Radmacher, W., und A. Hoverath, Sauerstoffbestimmung und ihre Anwendung in der Brennstoffanalytik 226
Radmacher, W., und P. Mohrhauer, Entmineralisierung von Kohle 227
Radwan, Z., und B. Strzyżewska, Bestimmung von Uran in Abfällen nach der Aufbereitung uranhaltiger Erze 392. — Siehe auch Czakow, J.
Rafałowska, H., T. Kowalczyk, S. Ochab und B. Paprocka, Auftrennung von Arzneimittelpräparaten 231
Rains, T. C., siehe Eshelman, H. C., sowie Menis, O.
Ralea, R., und O. Ungureanu, Colorimetrische Bestimmung von Natrium-p-aminosalicylat 462
Ramachandran, C. R., siehe Nabar, G. M.
Rao, G. Gopala, und T. P. Sastry (Sastri), The Use of Brucine as a Redox Indicator in Dichrometry 28 [Or]
Rao, G. S., siehe Jain, P. C.
Rappe, C., und N. Hellström' Papierchromatographische Trennung von halogenierten Säuren 435
Rathbun, J.C., siehe Robinson, H.M.C.
Rathenasinkam, E., Nachweis von Benzolhexachlorid 78
Raupp, G., Trennungsmöglichkeiten von Fettsäuren 435
Rauterberg, E., und H. Ossenberg-Neuhaus, Reduktionsmittel für Phosphorsäurebestimmungen 57
Reaser, P. B., und G. E. Burch, Kryoskopische Bestimmung von Deuteriumoxyd in Wasser 67
Rédly, L., Analyse eines wäßrigen Bodenauszuges 224
Regier, R. B., Radiometrische Bestimmung von Krypton-85 115
Reichard, P., Chromatographische Trennung cytosinhaltiger Verbindungen 159
Reinhercs, A., siehe Gierłowska, J.
Reio, L., Papierchromatographische Trennung von Phenolderivaten, Stoffwechselprodukten aus Schimmelpilzen und ähnlichen Substanzen 157
Renker, K., siehe Herrmann, W.
Rey-Mendoza, R., siehe Bermejo-Martínez, F.
Rhodes, R. C., siehe Sawyer, D. T.
Richard, O., Bestimmung von K und Na in Wein 440
Rieman III, W., siehe Odencrantz, J. T., sowie Sherma, J.
Rigin, V. I., siehe Jacimirskij, K. B.
Rijnders, G. W. A., siehe Keulemans, A. I. M.
Rink, M., und E. Franken, Bestimmung von Ascorbinsäure im Harn 159
Roberts, H. R., M. G. Kolor und W. Bucek, Papierchromatographische Bestimmung von Hydroxyprolin 311
Robinson, H. M. C., und J. C. Rathbun, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Blut 145
Robinson, J. W., Bestimmung von Chlorid in Sand und anderen festen Stoffen 222
Rocsin, M., siehe Ciuhandu, Gh.
Roeder, G., Butyrometrische Fettbestimmung im Rahm 442
Röwe, K., E. Ferber und H. Fischer, Bestimmung von Aminosäuren aus biologischem Material 152
Rogers, L. B., siehe Forstner, J. L., sowie Lord jr., S. S.

Rogozinski, M., und L. M. Shorr, Bestimmung von Tetrabromäthan 214
Rokosz, A., Bestimmung von Cadmium 122
Rolf, R. F., und E. Leininger, Bestimmung von Thallium(III) und Thallium(I) 130
La Rosa, C. F., Colorimetrische Bestimmung von Blutharnstoff 309
Rosanoff, M. A., und A. E. Hill, Titration von Chlor 295
Rosenberger, H. M., und C. J. Shoemaker, Spektralphotometrische Bestimmung von stabilisierten Diazoniumverbindungen 218
Rosie, D. M., und R. L. Grob, Gaschromatographische Technik 217. — Siehe auch Messner, A. E.
Ross, L. E., siehe Larsen, R. P.
Rosset, R., und B. Trémillon, Coulometrische Titration von Perchlorsäure und Essigsäure nebeneinander 45
Rossmanith, K., und Z. G. Hanna, Bestimmung von Spurenelementen in Wolframiten 221
Rowan jr., R., Eichung eines Betastrahlen-Meßinstrumentes für die Bestimmung von Wasserstoff in Kohlenwasserstoffen 370
Runeckles, V. C., und G. Krotkov, Trennbedingungen zur Papierelektrophorese und Papierchromatographie von Phosphorsäureestern und organischen Säuren 434
Rusanov, A. K., und V. G. Chitrov, Spektralanalytische Bestimmung von pulverförmigen Stoffen 363
Ruskul, W., siehe Michalski, E.
Rybáň, D., und B. Toušek, Bestimmung von Sulfonamiden in Arzneimittelpräparaten 231
Ryhage, R., Massenspektrometrische Analyse hochmolekularer organischer Verbindungen 141

Sagortschew, B., Quantitative Bestimmung von Cu, Zn, Tl und Mn durch innere Elektrolyse 118
Sagortschew, B., A. Liptschinsky (Lipčinsky) und Ch. Schejtanow, Trennung von Metallen durch innere Elektrolyse 118
Saint, H. C. J., und J. Hewson, Bestimmung von Bleistyphnat in Zündgemischen 459
Salach, J. I., siehe Socolar, S. J.
Salomon, L. L., und J. E. Johnson, Mikrobestimmung von Glucose in Blut und Harn 463
Sanakuja, J. C., und D. Seoane Rios, Bestimmung von Lysin neben Arginin und Histidin 311
Sandell, E. B., siehe Ingamells, C. O.
Sandri, G., Platinbromwasserstoffsäure zum Nachweis organischer Basen und Alkaloide 236
Sant, B. R., Bestimmung von Hydroxylamin 290. — Siehe auch Mukherji, A. K., sowie West, Ph. W.
Sant, B. R., und A. K. Mukherji, Hochfrequenztitration von Silber 119
Sarnecki, K., siehe Pszonka, B.
Sass, R. N., siehe Levine, V. E.
Sastry (Sastri), T. P., siehe Rao, G. Gopala
Šatenštejn, A. I., und Ju. I. Ančik, Bestimmung von Deuterium in Stoffen, die 100 Atomprozent Deuterium enthalten 300
Sato, F., siehe Itsuki, K.
Sato, H., siehe Mitsui, T.
Satô, K., und K. Takauchi, Bestimmung von Magnesiumspuren in Natriumchlorid 72
Sattizahn, J. E., siehe Bryant, E. A.
Sawicki, E., und T. R. Hauser, Erkennung von Carbonsäuren und Aldehyden in der Luft 376
Sawyer, D. T., R. S. George und R. C. Rhodes, Polarographische Analyse von Gasen 368
Saxena, R. S., und C. S. Bhatnagar, Reaktion zwischen Kupfersulfat und Kaliumhexacyanoferrat(II) 281
Scardi, V., siehe Bonavita, V.
Schäfer, H., Trennung von Niob und Tantal 60
Schaller, P., Bestimmung von Natriumlaurylsulfat 399
Schaupp, H., siehe Aly, F. W.
Schechter, M., und I. Hornstein, Bestimmung von Hexachlorcyclohexan in biologischem Material 463
Scheibe, E., I. Zaumseil und A. Dressler, Bestimmung von Hexachlorcyclohexan in biologischem Material 463
Schejtanon (Šejtanov), Ch., siehe Sagortschew, B.
Schempf, J. M., siehe Morris, J. B.
Scheurlen, P. G., Proteinfehler zur Bestimmung kleinster Eiweißmengen 155
Schmid, A., und K. Zipf, Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium in Knochenaschen 306
Schmid, L., siehe Woidich, K.

Schmidt, G., Vakuum-Sublimiergerät zur Trennung und Reinigung kleiner Substanzmengen 373
Schneer, A., und H. Hartmann, Maßanalytische Bestimmung von Zirkonium in alkalischer Lösung mit Kaliumpermanganat 289. — Maßanalytische Bestimmung von Zirkonium 290
Schnitzer, M., J. R. Wright und I. Hoffman, Thermogravimetrische Bestimmung und Untersuchung von Boden 73
Schoch, T. J., siehe Lansky, S.
Schönfeld, H., siehe Dressler, A.
Schönfeld, T., siehe Wald, M.
Schormüller, J., und H.-D. Belitz, Bestimmung von Aminosäuren 151
Schormüller, J., H.-D. Belitz und G. Adler, Trennung und Bestimmung von Aminosäuren 151
Schormüller, J., G. Würdig und G. Bressau, Prüfung des Vorkommens von Spaltprodukten der Phytinsäure in Sämereien, Getreideprodukten und Weizenmaische 226
Schotte, L., und S. Veibel, Bestimmung tertiärer Alkohole 211
van der Schrick, G., siehe Boutllon, F.
Schriefers, H., und W. Korus, Bestimmung von Cortison, Hydrocortison, Prednison, Prednisolon und 9α-Fluorhydrocortison 318
Schubert, E., Bestimmung des Sauerstoffverbrauches bei biologischen Versuchen 149
Schüller, H., Bestimmung von Kobalt in β-Nitroso-α-naphthol in landwirtschaftlichen Produkten 73
Schulek, E., E. Körös, L. Maros und I. Feher, Analytik des elementaren Schwefels und einiger seiner Verbindungen 130
Schulek, E., J. Trompler und E. Pungor, Bestimmung der Alkoholtension von Äthanol-Wasser-Perchlorsäurelösungen mit Viscositätsmessungen 204. — Siehe auch Burger, K.
Schulz, M. E., und W. Kley, Butyrometrische Fettbestimmung 442
Schwab, C. A., siehe Altshuller, A. P.
Schwartz, R. D., und D. J. Brasseaux, Bestimmung der Kohlenwasserstoffe aus Petroleumrückständen 398
Schwarz, K.-S., Betrachtung zur Dichte- und Alkoholbestimmung im Apothekenbetrieb 460
Seaman, W., W. H. McComas und G. A. Allen, Bestimmung von Wasser nach Karl Fischer 203
Sease, J. W., siehe Ehlers, V. B.
Seebaum, H., und F. C. Krecke, Bestimmung von Schwefelwasserstoff mit Bleiacetat 66
Seitz, R. L., siehe Silverman, L.
Seki, T., Chromatographische Trennung niederer Fettsäuren 213
Selenkina, M. S., siehe Turkel'taub, N. M.
Sen, B., siehe West, Ph. W.
Seoane Rios, D., siehe Sanakuja, J. C.
Sergeant, G. A., Bestimmung chlorierter Kohlenwasserstoffe aus Pflanzenschutzmittelrückständen 229
Sergeant, G. A., und B. P. Thompson, Bestimmung chlorierter Kohlenwasserstoffe in Pflanzenschutzmittelrückständen 229
Serpinet, J., Analyse schwerer Pyrolyseprodukte des Chlordifluoromethans durch präparative Gaschromatographie 365
Seskolskaja, A. Ja., siehe Ponomarev, A. I.
Ševčenko, S. M., Bestimmung von Fibrinogen in Blutplasma 462
Sezaki, H., Bestimmung von Pyrazinamid, Isonicotinsäurehydrazid und deren Abbauprodukten im Urin 159
Shaw, J. C., siehe Holter, J. B.
Shead, A. C., Eignung der Profilwinkel von Kristallen zur Identifizierung von Substanzen 362
Shen, Lieh-Fang, siehe Hsu, Pao-Lin
Shelley, R. N., und C. J. Umberger, Verhalten von 20 sauren organischen Verbindungen 436
Sherma, J., und W. Rieman III, Verteilungschromatographie auf Ionenaustauschern 363
Shimizu, M., S. Ichimura und H. Mori, Bestimmung von Meprobamat in Urin 151
Shimoe, D., siehe Sudo, T.
Shirai, H., siehe Takahashi, T.
Shoemaker, C. J., siehe Rosenberger, H. M.
Shorr, L. M., siehe Rogozinski, M.
Shreve, O. D., siehe Harkins, R. T.
Siegwarth, D. P., siehe Cady, G. H.
Siggia, S., und R. L. Edsberg, Bestimmung von Thiolen und Disulfiden 213
Sikorska-Tomicka, H., J. Popowicz und K. Czerepko, Nachweis von Bi-, Pb-, Cu- und Hg-Ionen auf Papier-

chromatogrammen 59. — Siehe auch Czerepko, K.
Silas, R. S., J. Yates und V. Thornton, Bestimmung der Doppelbindungsverteilung in Polybutadienen 434
Silverman, L., und R. L. Seitz, Bestimmung von Spuren Kobalt in metallischem Natrium 382. — Siehe auch Houk, W. W.
Šíma, J., siehe Janák, J.
Šimek, M., siehe Okáč, A.
Simmons, M. C., und L. R. Snyder, Gaschromatographischer Detektor 397
Singh, B. R., siehe Majumdar, A. K.
Skalska, S., und S. Held, Spektralanalytische halbquantitative Bestimmung von Aluminium, Silicium und Kupfer in Calcium 385. — Siehe auch Held, S.
Skarżyński, J., H. Panusz und J. Greger, Einfluß von Anionen auf die flammenphotometrische Bestimmung von Na, K und Ca in biologischem Material 305
Skoog, D. A., siehe West, D. M.
Sledsens, A. M. J., siehe Campen, W. A. C.
Sljusareva, R. L., siehe Karabaš, A. G.
Sloane-Stanley, G. H., siehe Folch, J.
Šlouf, A., Photometrische Bestimmung ketonischer Stoffe in Chloramphenicol 233
Slowinski, M. F., siehe Zibulsky, H.
Small, L. A., Maßanalytische Bestimmung von Hydroxylgruppen mit Lithium-aluminium-di-n-butylamid 432
Šmirous, F., siehe Vepřek-Šiška, J.
Smit, G. B., siehe de Nooyer, J. A.
Smith, B., Stationäre Phasen zu gaschromatographischen Trennungen von wasserhaltigen Mischungen 364
Smith, D. M., siehe Bryant, W. M. D.
Smith, G. F., und Wm. M. Banick, Komplexbildung von zweiwertigem Eisen mit Dipyridylderivaten 136
Smith, L. L., und Th. Foell, Unterscheidung von Δ^4-3-Ketosteroiden und $\Delta^{1,4}$-3-Ketosteroiden 316
Snyder, L. R., siehe Simmons, M. C.
Sobko, M. Ja., siehe Fedoseev, P. N.
Sobkowska, A., siehe Czarnecka, W.
Socolar, S. J., und J. I. Salach, Mikrobestimmung von Calcium neben Magnesium 121
Soderberg, J., siehe Wallach, D. F. H.
Soeda, Y., siehe Sudo, T.
Sogani, N. C., siehe Gupta, H. K. L.
Sojterman, I. A., Colorimetrische Siliciumbestimmung in der Zinkindustrie 449
Somfalvy, E., und K. S. Ausch, Eignung von 31 Farbstoffen zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366
Sosin, Z., siehe Augustyn, W.
Sotnikow, W. S., siehe Alimarin, I. P.
Spackman, D. H., W. H. Stein und S. Moore, Automatische Bestimmung von Aminosäuren 151
Spandrio, L., siehe Ceriotti, G.
Specker, H., und E. Jackwerth, Einfluß sterisch hindernder Gruppen auf den Verteilungskoeffizienten bei Extraktionsverfahren 201. — Siehe auch Kaiser, He.
Spotswood, T. M., Chromatographische Trennung mehrkerniger aromatischer Kohlenwasserstoffe 216
Spurný, Z., Spektralphotometrische Bestimmung von elementarem Chlor 294
Srivastava, T. S., siehe Pande, C. S.
Staples, D. A., siehe Long, C.
Stapor, W., siehe Michalski, E.
Stearns, J. A., siehe Lucchesi, C. A.
Steciak, T., siehe Czakow, J.
Steele, E. L., und J. H. Yoe, Spektralphotometrische Bestimmung von Ruthenium 138. — Spektralphotometrische Bestimmung von Osmium 298
Stegemann, H., Mikrobestimmung von Amidstickstoff in Proteinen 313
Stein, W. H., siehe Moore, S., sowie Spackman, D. H.
Stejskal, Z., siehe Blažek, J.
Stelzner, R. W., siehe Kelley, M T.
Stevens, J., siehe Bouillon, F.
Stock, J. T., Verwendung der Silber-Silberchloridelektrode 49
Stockdale, D., Thermolyse von Ammoniumphosphormolybdat 56
Stognij, N. I., Bestimmung von freiem Quarz in Erzstaub 455
Stoljarov, K. P., und N. N. Grigor'ev, Lumineszenzmikroanalyse, die auf Bildung von Kristallphosphoren beruht 370
Storherr, R. W., Identifizierung von Aminosäuren durch Reaktion mit Aldehyden in Eisessiglösung 310

Strafford, N., P. F. Wyatt und F. G. Kershaw, Extraktion von Blei mit Diäthyldithiocarbaminat 387
Strasheim, A., Bestimmung von Uran 392
Strauch, L., Auswertung von Papierelektropherogrammen durch Remissionsmessungen 43
Street, H. V., siehe Close, J. R.
Striževskij, I. I., Bestimmung von freier Borsäure in Methyloboratlösungen 283
Strohecker, R., W. Heimann und F. Matt, Bestimmung von Ascorbinsäure 159
Stross, F. H., siehe Johnson jr., H. W.
Strzyżewska, B., siehe Radwan, Z.
Subbaraman, P. R., N. R. Joshi und J. Gupta, Polarographische Bestimmung von Uran 127
Subbarow, Y., siehe Fiske, C. H.
Sudo, T., D. Shimoe, T. Tsujii und Y. Soeda, Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 210
Sugár, E., siehe Szekeres, L.
Sugihara, T. T., H. I. James, E. J. Troianello und V. T. Bowen, Bestimmung langlebiger Spaltprodukte in Seewasser 67
Sugimoto, K., siehe Musha, S.
Šukoljukov, Ju. A., siehe Gerling, E. K.
Sumner, J. B., Bestimmung reduzierender Zucker 441
Surgenor, D. M., siehe Wallach, D. F. H.
Šustova, M. B., siehe Nazarenko, V. A.
Sutcliffe, P., siehe Haywood, L. J. A.
Suzuki, F., siehe Itsuki, K.
Świetosławska, J., und S. Held, „Verfahren mit einmaliger Zugabe" in der Spektralanalyse 39
Swift, E. H., G. M. Arcand, R. Lutwack und D. J. Meier, Titration von Chlor 295
Swinebourne, E. S., siehe Pyke, B. H.
Sykut, K., Coulometrische Bestimmung von Rhodanid 52
Sympson, R. F., siehe Amos, W. R.
Szarvas, P., und Z. Jarabin, Nachweis von Vanadium(V) 292
Szczerbińska, O., siehe Czakow, J.
Szekeres, L., Bestimmung der Perjodat-, Jodat-, Bromat- und Chlorationen nebeneinander 256 [Or]
Szekeres, L., und E. Sugár, Bestimmung der Sulfit- und Thiosulfationen nebeneinander 35 [Or]
Tabeling, R. W., siehe Kniseley, R. H.
Tachikawa, T., siehe Ueno, K.
Täufel, K., siehe Gassmann, B.
Takahashi, T., und E. Niki, Wechselstrompolarograph 281, 382
Takahashi, T., H. Shirai und E. Niki, Polarographie mit dem Wechselstrom-Brücken-Polarographen 46
Takauchi, K., siehe Satô, K.
Taketatsu, T., Trennung von Cer und Thorium mit Hilfe des Ionenaustausches 285
Talvitie, N. A., Bestimmung von Quarz in Erzstaub 455
Tamale-Ssali, Ch. E., siehe Clark, R. E. D.
Tannenbaum, S., siehe Allen jr., H.
Tarrago, X., siehe Lefort, M.
Temjanko, V. S., siehe Bardin, M. B.
Tenney, H. M., und R. J. Harris, Probeneinlaßsystem in der Gaschromatographie 461
Terent'ev, A. P., und B. M. Luskina, Organische Elementaranalyse durch nasse Oxydation 299
Terry, D. E., siehe Babcock, M.
Tewari, S. N., siehe Tripathi, D. N.
Theal, S., siehe Forist, A. A.
Thoenes, H. W., Prüfung von Schmierölen 228
Thomas, D. B., siehe Cullum, D. C.
Thompson, B. P., siehe Sergeant, G. A.
Thompson, J. H., und B. W. Peters, Bestimmung kleiner Wismutgehalte in Blei und in Bleimänteln von Kabeln 387. — Siehe auch Elliot, C. R.
Thornton, V., siehe Silas, R. S.
Tipcova, V. G., siehe Busev, A. I.
Tiselius, A., B. Drake und L. Hagdahl, Bestimmung von Aminosäuren 312
Titschak, G., Kennzeichnung von Kohlenwasserstoff-Wachsen 227
Tleubergenova, G., Bestimmung des Verhältnisses Thorium zu Uran in Mineralien und Erzen 392
Tobolsky, A. V., A. Eisenberg und K. F. O'Driscoll, Bestimmung von Styrol in einem Styrol-Methylmethacrylatcopolymeren 77
Toribara, T. Y., Bestimmung von Calcium bei der Untersuchung des Calciumstoffwechsels 145
Toušek, B., siehe Rybář, D.
Townley, E. R., siehe Kabasakalian, P.
Train, K. E., siehe Friedland, S. S.
Trémillon, B., siehe Dumontier-Goureau, N., sowie Rosset, R.

Tripathi, D. N., und S. N. Tewari, The Determination, in Forensic Toxicology, of Metallic Poisons by Paper Chromatography 161 [Or]
Troianello, E. J., siehe Sugihara, T. T.
Troll, W., und R. K. Cannan, Ninhydrinmethode zur Bestimmung von Aminosäuren 153
Trompler, J., siehe Schulek, E.
Troxler, F., siehe Hofmann, A.
Trubell, O. R., siehe Kerr, R. W.
Trusov, J. P., Bestimmung von Eisen(II) und Eisen(III) in Gesteinen 394
Tsao, M. U., G. H. Lowrey und E. J. Graham, Mikrobestimmung von Aceton in Körperflüssigkeiten 307
Tschapke, H., Chemische Bestimmung von Vitamin D 63
Tsujii, T., siehe Sudo, T.
Tsutsumi, C., siehe Kubo, S.
Tuchołka-Szmeja, B., Spektralanalytische Untersuchung von Dolomiten 222
Tuddenham, W. M., und R. J. P. Lyon, Analyse unbekannter Chloritmineralproben 221
Tufts, B. J., Nachweis von Kalium in Partikeln in der Luft 65
Tuller, E. F., siehe Moinat, P.
Tupper, R., siehe Banks, T. E.
Turkel'taub, N. M., B. I. Anvaer, A. I. Koljubjakina und M. Selenkina, Trennung der C_2-C_5-Kohlenwasserstoffe durch Gas-flüssig-Chromatographie 433
Turner, J. J., siehe Beach, E. F.
Turney, T. A., Molisch-Reaktion auf Kohlenhydrate 441
Turowska, M., siehe Michalski, E.
Tyllová, M., siehe Dušinský, G.

Udalov, Ju. F., siehe Mochov, L. A.
Udenfriend, S., H. Weissbach und C. T. Clark, Bestimmung von 5-Hydroxytryptamin und 5-Hydroxyindolessigsäure 320
Ueno, K., und T. Tachikawa, Verwendung von Bimetallelektroden für potentiometrische Titrationen in der Argentometrie 48. — Siehe auch Nozaki, T.
Ueta, T., siehe Nakamura, S.
Uhlich, U., siehe Fischer, W.
Ultee jr., A. J., und J. Hartel, Austauschkapazität von Filtrierpapier 51
Umberger, C. J., siehe Shelley, R. N.
Underwood, A. L., Photometrische Titration kleiner Mengen von Eisen(III) 137
Ungureanu, O., siehe Ralea, R.
Unterharnscheidt, F., siehe Carcasona, A.
Usiekniewicz, K., siehe Łada, Z.
Utsumi, S., siehe Iwasaki, I.

Vadodaria, D. J., siehe Parikh, P. M.
Vaetch, R., siehe Fels, G.
Vaníček, C., siehe Jančik, F.
Vannatta, E. E., und L. E. Harris, Gravimetrische Bestimmung von Thiamin mit Siliciumwolframat 63
Vasiliev, R., A. Cosmin, B. Wermescher, M. Mangu und I. Burnea, Bestimmung von Anaesthesin 230. — Bestimmung einiger Sulfonamide 231
Vasiliev, R., und B. Wermescher, Bestimmung von Anaesthesin neben Euchinin 230
Veibel, S., p-Carboxyphenylhydrazinhydrochlorid als Reagens auf funktionelle Gruppen 212. — Analyse organischer Stoffe durch Nachweis und Bestimmung funktioneller Gruppen 211. — Siehe auch Schotte, L.
Veibel, S., H. Lillelund und J. Wangel, Bestimmung von Hydroxylverbindungen 211
Veis, A. P., und A. P. Ievinš, Hochfrequenztitrimetrische Bestimmung von Thallium 288
Veleker, T. J., und R. Dyck, Bestimmung von Aluminium, Eisen, Kalium und Silicium in Wolframoxyd 223. — Siehe auch Dyck, R.
Venturello, G., C. Gualandi und I. Mazzei, Trennung der Alkalimetalle, Li, Na und K durch Ionenaustausch 280
Vepřek-Šiška, J., V. Pliška und F. Šmirous, Nachweis von Hyponitriten 56
Verma, M. R., und R. Dass, Neuer Indicator für acidimetrische Titration 207
Vernois, J., Papierelektrophorese von Protactinium(V) 126
Vigni, R., Acidimetrische und jodometrische Bestimmung von Orthophosphorsäure 229
Vishwanath, A. K., siehe Deshmukh, G. S.
Vitali, M., P. Del Grande und G. Pancrazio, Bestimmung von Testosterin-cyclopentylpropionat und Testosteron in Sesamöl, Bestimmung 319

Voigt, K., Bestimmung von Histidin in Eiweißhydrolysaten und Harn 312
Voinowitsch, I. A., Analyse von Al, SiO_2, Fe, Ti, Ca, Mg, Na und K in Aluminiumsilicaten 71. — Siehe auch Debras, J.
Voorhies, J. D., und N. H. Furman, Anodisch-chronopotentiometrische Messungen an festen Elektroden 48
Vuataz, L., H. Brandenberger und R. H. Egli, Isolierung, Trennung und Identifizierung von Polyphenolen aus dem Teeblatt 443

Wald, M., und T. Schönfeld, Anionenaustauscherverhalten von Komplexen von Sr, Pb, Y, Bi und Th mit Nitrilotriessigsäure 283
Walewska, Z., siehe Czakow, J.
Walker, G. T., Bericht über die Karl-Fischer-Titration 373
Wallach, D. F. H., D. M. Surgenor, J. Soderberg und E. Delano, Ultramikrobestimmung von Calcium 122
Wangel, J., siehe Veibel, S.
Warren, B., siehe Bryant, E. A.
Waszczenko, E., siehe Fine, J. M.
Watanuki, K., siehe Minami, E.
Watts, J. O., siehe Browning, L. C.
Watzke, E., siehe Barrollier, J.
Webley, D. J., siehe Laws, E. Q.
Weidmann, G., siehe Jahns, W., sowie Musil, A.
Weissbach, H., siehe Udenfriend, S.
Wendlandt, W. W., Thermische Zersetzung der Oxalate Seltener Erden 124. — Thermolyse von Ammoniumphosphormolybdat 56
Wentworth, J. T., siehe Heaton, W. B.
Wermescher, B., siehe Vasiliev, R.
West, D. M., und D. A. Skoog, Maßanalytische Oxydation einiger organischer Verbindungen mit Vanadin(V)-salzlösungen 433
West, Ph. W., B. Sen und B. R. Sant, Bestimmung der gasförmigen Verunreinigungen der Luft 376
Wetlesen, C. U., Bestimmung von Kupfer 391
Wheeler, V. J., siehe Kennedy, J.
Whelan, W. J., und J. M. Bailey, Bestimmung von Phosphaten 463
Whitaker, J. R., und R. Hughes, Bestimmung der Konzentration von Ammoniumsulfatlösungen, die zur Trennung von Eiweißstoffen verwandt werden 204
White, E. M. A., siehe Banks, T. E.
White, J. A., siehe Zibulsky, H.
White, J. C., siehe Young, J. P.
Wilkins, D. H., Komplexometrische Bestimmung von Titan mit ÄDTA 55. — Siehe auch Hibbs, L. E.
Wilkins, D. H., und L. E. Hibbs, Bestimmung von Nickel in Gold-Nickellegierungen 391
Willemart, R., und P. Fabre, Bestimmung von Thiolen und Disulfiden 213
Williams, C. A., siehe Grabar, P.
Williams, L. A., R. A. Linn und B. Zak, Bestimmung von Salicylsäure in biologischem Material 158
Williams, L. A., und B. Zak, Bestimmung von Barbitursäureverbindungen in Blut und in physiologischen Substanzen 309
Williams, M. A., siehe Goldbaum, L. R.
Wilson, E. M., siehe Greene, S. A.
Winefordner, J. D., siehe Malmstadt, H. V.
Wingfield, H. C., und J. H. Yoe, 1-Naphthylamin-3,5,7-trisulfonsäure zur spektralphotometrischen Bestimmung von Osmium 298
Winsauer, K., siehe Holasek, A.
Wiper, A., siehe Johncock, P.
Wissler, F. C., siehe Woernley, D. L.
Woernley, D. L., O. Carruthers, K. Lilga und F. C. Wissler, Bestimmung von Calcium und Magnesium in biologischen Lösungen oder Suspensionen 144
Woidich, H., siehe Woidich, K.
Woidich, K., L. Schmid, T. Langer, H. Gnauer und H. Woidich, Bestimmung von Monobromessigsäure und ihren Derivaten 447
Wokes, F., siehe Mayer, A.
Wolf, F., Eine oxydimetrische Bestimmungsmethode für Diacetyl 413 [Or]
Wormall, A., siehe Banks, T. E.
Wright, C. M., siehe Goddu, R. F.
Wright, J. R., siehe Schnitzer, M.
Wu, J., siehe Kushinsky, S.
Würdig, G., siehe Schormüller, J.
Wurziger, J., Bestimmung von K und Na in Wein 440
Wyatt, P. F., siehe Strafford, N.

Yates, J., siehe Silas, R. S.
Yien, C. H., siehe Chesnin, L.
Yip, G., und J. W. Cook, Vergleich der Cholesterinesterase-Methoden zur Analyse von Phosphorinsecticiden 80

Yoe, J. H., siehe Jacobs, W. D., sowie Owens II, E. G., Steele, E. L., und Wingfield, H. C.
Young, I. G., siehe Hiskey, C. F.
Young, J. P., und J. C. White, Einfache selektive photometrische Titanbestimmung 55
Yudis, M. D., siehe Kabasakalian, P.

Zaar, B., Bestimmung von N-(5-Nitro-2-furfuryliden)-1-aminohydantoin im Harn 154
Žabin, A. N., siehe Alimarin, I. P.
Zagórski, Z., und M. Cyrankowska, Direkte Polarographie von Extrakten 47
Zagórski, Z., und W. Krawczyk, Bestimmung von Perchlorat 135. — Siehe auch Janko, A.
Zahradník, R., siehe Koblre, V.
Zak, B., siehe Williams, L. A.
Zatloukal, J., Bestimmung von Lithium- und Kaliumchlorid in Gemischen mittels elektrischer Leitfähigkeit 116
Zaumseil, I., siehe Scheibe, E.
Zibulsky, H., M. F. Slowinski und J. A. White, Bestimmung von Aluminium in Stahl und hochwarmfesten Legierungen 220
Ziegler, M., O. Glemser und A. von Baeckmann, Die Trennung des Niobs von Tantal durch Extraktion als Tributylammonium-Niobrhodanid 105 [Or]
Zipf, K., siehe Schmid, A.
Zlatkis, A., und J. E. Lovelock, Anwendung von Capillarsäulen mit einem Argondetektor zur gaschromatographischen Trennung von Kohlenwasserstoffen 365
Zýka, J., siehe Berka, A., sowie Pavlíková, M.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Acetaldehyd, Bestimmung in der Luft 66
Aceton, zur Bestimmung von elementarem Chlor 294; Bestimmung in der Luft 66; in Körperflüssigkeiten 307
Acetonitril, Bestimmung von Anthracen 48
Acetophenetidin, Analyse 235
Acetylaceton, zum Nachweis von Beryllium 120
Acetylen, Bestimmung in der Luft 376; Bestimmung von acetylenischem Wasserstoff mit Silberperchlorat 300
Acetylsalicylsäure, Analyse 235
Acidimetrie, in nichtwäßrigem Medium 372; neuer Indicator 207
Acrolein, Bestimmung in der Luft 66
Adenosintriphosphat, Bestimmung von anorganischen Phosphaten neben Adenosintriphosphat 463
Adrenosterone, Bestimmung 319
ÄDTA-Titrationen, Überblick über die Fortschritte 51; Verwendungen und Technik 202
Äthan, gaschromatographische Bestimmung 41
Äthanol-Wasser-Perchlorsäurelösungen, Bestimmung der Alkoholtension 204
Äther, gaschromatographische Untersuchung 41,42; gaschromatographische Abtrennung 364; Trennung durch Verteilungschromatographie an Ionenaustauschern 363
Äthylen, Analyse des Oxydationsgemisches 397
Äthylendiamin, Nachweis 237
Äthylendiamindi-(o-hydroxyphenylessigsäure) zur photometrischen Titration von Eisen 137
Äthylendiamintetraacetat, zur radiometrischen Bestimmung von Zink und Kupfer 274
Äthylendiamintetraessigsäure, Anwendungen als mikroanalytisches Reagens 202; zur Bestimmung von Titan 55
Äthylenglykol, Bestimmung durch Oxydation 433
Äthylenoxyd, Bestimmung in der Luft 66; im Oxydationsgemisch von Äthylen 397
4-Äthyl-(2-Hydroxyäthyl)-amino-benzoldiazonium-zinkchlorid, Bestimmung 218
Äthylphenole, Bestimmung 217

2-Äthyltetrahydrofuran, Bestimmung in der Luft 66
Akkumulatoren, Bestimmung von Kupfer und Blei in Akkumulatoren 47
Alanin, Bestimmung 151, 310, 427
β-Alanin, Bestimmung 310
D, L-Alanin, Abtrennung 153
Aldehyde, Reaktionen mit Aminosäuren in Eisessiglösung 310; gaschromatographische Abtrennung 364; Erkennung der benzollöslichen Fraktion des Staubes aus der Luft 376; Bestimmung von Sauerstoff-18 210
Aldrin, Nachweis 178
Alizarin, Rf-Wert 447
Alkali, Bestimmung von freiem Alkali in Ammoniumchloriden 434
Alkalimetalle, Trennung von Li, Na und K durch Ionenaustausch 280
Alkalisulfide, Bestimmung von H_2S und HS-Ionen in Lösungen von Alkalisulfiden 293
Alkalität, Bestimmung in Wässern 380
Alkaloide, Nachweis mit Platinbromwasserstoffsäure 236,237; Auftrennung der bekannten Rauwolfia-Alkaloide 239
Alkohol, Bestimmung 460; in Tinkturen 460
Alkohole, mikroskopische Identifizierung durch Schmelzpunktskriterien 142; gaschromatographische Untersuchung 41, 42; gaschromatographische Abtrennung 364; Bestimmung der Hydroxykomponenten von aliphatischen Alkoholen 316; Analyse tertiärer Alkohole 211; Bestimmung von Wasser 203
Alkoholtension, Bestimmung in Äthanol-Wasser-Perchlorsäure-Lösungen 204
Alkoxylwerte, zu hohe Alkoxylwerte bei Phenolen, die eine tertiäre Butylgruppe enthalten 437
Alkylbenzole, gaschromatographische Untersuchung 42
Alkylierte Aniline, Nachweise 217
Alkylnitrite, Bestimmung 142
Alloxan, Reaktion mit Aminosäuren 310, 311
Alterungsbeständigkeit, Bestimmung von Schmierölen 228
Alterungszustand, Bestimmung von Schmierölen 228
Aluminium, Bestimmung 123; spektrochemische Analyse 450; Bestimmung als Natriumfluoroaluminat 450; komplexometrische Bestimmung mit Dithizon als Indicator 192; Bestimmung mit 2-Chinizarinsulfonsäure 123; Bestimmung in Bronzen und Messing 383; in reinstem Be oder BeO 384; in Calcium 385; in Wolfram-Metallpulver 388; in Aluminium-silicaten 71; in Thoriumoxyd, das Korrosionsprodukte von Stahl enthält 451; in Wolframoxyd 223; in Stahl und hochwarmfesten Legierungen 220; in Dolomiten 222; in Polyäthylen 76; Einfluß auf die Bestimmung von Ca und Mg 349; auf die Chloridbestimmung in Wasser 381; auf die Bestimmung von Eisen (III) 358
Aluminiumbronzen, Bestimmung von Kupfer 325
Aluminiumelektrode, voltammetrische Messungen 49
Aluminiumlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452; spektrochemische Analyse 450; Simultanbestimmung von Co, Ni, Cu 385
Aluminiummineralien, Bestimmung von Strontium in silicatischen Aluminiummineralien 392
Aluminiumoxinat, Extraktion 284
Aluminiumoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Aluminiumsilicate, Bestimmung von Al, SiO_2, Fe, Ti, Ca, Mg, Na und K 71
Aluminium-Siliciumlegierungen, Bestimmung von Co, Ni und Cu 385
Aluminium-Uranbrennstoff-Elemente, Bestimmung von Uran 127
Amaranth, zur Bestimmung von Wismut in Legierungen 69
Ameisensäure, Trennung von Schwefelsäure 199
Amide, Bestimmung von Sauerstoff-18 210
Amidopyrin, Bestimmung neben Butazolidin 234; Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 234
Amidosulfat, Analyse des Ammoniumsalzes 132
Amidstickstoff, Bestimmung in Proteinen 313
Amin, Bestimmung in hochmolekularen Ammoniumchloriden 434
Amine, Bestimmung 212; gaschromatographische Abtrennung 364; Bestimmung aromatischer Amine nach der Dead stop-Methode 48; Bestimmung biogener Amine 157; Bestimmung von Wasser in stark basischen Aminen 203
Aminhydrochlorid, Bestimmung in hochmolekularen Ammoniumchloriden 434

α-Aminobuttersäure, Bestimmung 310
2-Amino-4-methylpyridin, Nachweis 237
Aminonaphtholsulfonsäure, zur Bestimmung von Orthophosphat neben Phosphorsäureester 147
Aminophosphorsäure, Bestimmung 57
Aminopyrin, Analyse 235
Aminopyrin-Butazolidin, Untersuchung 234
Aminosäuren, Reaktion mit Aldehyden in Eisessiglösung 310; mit Isatin, Alloxan und Ninhydrin 310, 311; Bestimmung 212; Automatische Bestimmung 151; quantitative Bestimmung durch photometrische Auswertung von Farbreaktionen auf Papier 423; Bestimmung aus hochspannungselektrophoretisch getrennten Gemischen 152; Bestimmung aromatischer und heterocyclischer Aminosäuren 157; Trennung und Bestimmung 151; Trennung von Cellulosesäulen 153
p-Aminosalicylat, Bestimmung 462
Aminostickstoff, Aufklärung von Reaktionen, welche bei der Aminostickstoffbestimmung anomale Resultate ergeben 301
Aminothron zur Bestimmung von Uran- und Thoriumsalzen 128
Ammoniak, Nachweis in der Luft 378; Bestimmung in der Luft 375
Ammoniumbasen, Nachweis quartärer Ammoniumbasen 237
Ammoniumchloride, Analyse hochmolekularer quarternärer Ammoniumchloride 434
Ammoniummolybdat, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Ammoniumphosphormolybdat, Thermolyse 56
Ammoniumsalze, zur Bestimmung der Stickstoffphosphorsäuren 58
Ammoniumstickstoff, Mikrobestimmung 141
Ammoniumsulfatlösungen zur Trennung von Eiweißstoffen, Bestimmung der Konzentration 204
Ammoniumvanadat, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Ammoniumwolframat, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Amperometrie ohne angelegte Spannung 47
Amylaseaktivität, Bestimmung im Blutserum 159
Amylnitrite, Bestimmung 142
Amylopektin, Bestimmung in verschiedenen Stärkearten 442
Amylose, Bestimmung in Stärkearten 442
Anaesthesin, Bestimmung neben Euchinin 230
Analyse, einfaches Verfahren der spektrochemischen Lokalanalyse 326; Genauigkeit der Maßanalyse 371; Eignung von Filtrierpapieren für Tüpfelanalysen 50; Identifizierung kristalliner Phasen durch Röntgenstrukturuntersuchung 38; Bildung von Kristallphosphoren bei der Lumineszenzanalyse 370; Verwendung der quantitativen Sedimentationsanalyse 202; Anwendung von organischen Derivaten der schwefligen, selenigen und tellurigen Säure 206; von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse 360; von o-Dithiolen 206; Fehlerkontrolle bei Serienanalysen 202; qualitative chemische Analyse (Autenrieth-Rosenmund) 362 [L]
Anilin, Nachweis 237
Aniline, Tüpfelproben alkylierter Aniline 217
Anionen, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Na, K, Ca in biologischem Material 305
Anode, Messung der Temperaturdifferenz zur Kathode während der Elektrolyse 367
Anorganische Ionen, paierelektrophoretische Trennung 366
Anorganisches Material, Bestimmung von Zinn 54
Anstrichpigmente, Identifizierung 396
Anthracen, Bestimmung 158; in Acetonitril 48
Anthranilsäure, zur Bestimmung von Thorium neben Uran, den Seltenen Erden und Blei 286; von Furfurol 440
Antihistaminica, Bestimmung in Gewebe und Leber 400
Antimon, Verwendung von Bimetallelektroden mit Platin 48; Nachweis mit Kristallphosphor und Calciumoxyd 370; Bildung des Kristallphosphors aus $K_4[Fe(CN)_6]$ und Sb 371; Extraktion des Dithiocarbamidates 15; Bestimmung mit Perjodsäure 285; in reinstem Be oder BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; Abtrennung des Kupfers durch Ionenaustauscher 68; Bestimmung von Thallium neben Antimon 129

Antipellagra-Vitamin, Bestimmung in Lebensmitteln 445
Antipyretica, Analyse 235
Antipyrin, Analyse 235; Komplexsalze mit Tetrabromothalliumsäure 129
Apiezon L, stationäre Phase in der Gaschromatographie 41
Apoatropin, Bestimmung neben Atropin 430
Apotheken, Bestimmung der Dichte und des Alkoholgehaltes 460
Argentometrie, Verwendung von Bimetallelektroden für potentiometrische Titrationen 48
Arginin, Bestimmung 151, 310, 427; Bestimmung von Lysin neben Arginin 311
Argon, Bestimmung in Gasblasen von Spiegelglas 396
Argondetektor, modifizierter Argondetektor, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 365
Aromaten, Tüpfeltest zum Nachweis 214; Chromatographie auf acetyliertem Papier 216; Verhalten an den Austauschern 436
Aromatische Amine, Bestimmung nach der Dead stop-Methode 48
Arsen, Extraktion des Dithiocarbamidates 15; Bestimmung 222; photometrische Bestimmung 268; Bestimmung in Wolframiten 221; in technischem Calciumarsenat 77; in Uranoxyd 383
Arsen (III), zur Reduktion von Manganat 21
Arsenat, elektrophoretische Bestimmung 366
Arsenazo, zur Bestimmung von Uran 126; von Uran- und Thoriumsalze 128
Arsenit, elektrophoretische Bestimmung 366
2-Arseno-2-hydroxy-azoverbindungen, zur Bestimmung von Uran- und Thoriumsalzen 128
3-(2-Arsonophenylazo)-4,5-dihydroxy-2,7-naphthalindisulfonsäure, zur Bestimmung von Uran 126
Arsentrioxyd, Bestimmung in biologischem Material 148
Arsenwasserstoff, Nachweis in der Luft 378
Arzneimittel, Bestimmung von Vitamin B_1 443
Arzneimittelpräparate, Auftrennung der Sulfonamide 231
Arzneistoffe, Isolierung und Reinigung basischer Arzneistoffe aus Gewebe und Leber 399
Ascorbinsäure, Verwendung als Reduktionsmittel zur Phosphorsäurebestimmung 57; zur amperometrischen Bestimmung von Iridium 299; Bestimmung im Harn 159
Asparagin, Identifizierung mit Hilfe der Profilwinkel von Kristallen 362; Bestimmung 310
Asparaginsäure, Bestimmung 310, 427
Asphalte, stationäre Phase in der Gaschromatographie 41
Atmosphärischer Staub, Bestimmung von Spuren Uran 286
Atmungsintensität, Bestimmung in Mikroorganismen 148
Atomreaktoren, Bestimmung von Spurenmetallen in Graphit für Atomreaktoren 116
Atropin, Bestimmung von Apoatropin neben Atropin 430
Auspuffgase, Bestimmung des Kohlenwasserstoffanteiles in Auspuffgasen von Kraftfahrzeugen 377
Austauscher, Verhalten von organischen Verbindungen an Austauschern 436
Azolithmin, Säure-Base-Indicator 208

Badional, Bestimmung 231
Barbiturate, Analyse 235; nichtwäßrige Titration 461; Isolierung in der toxikologischen Analyse durch Ausschüttelung 400; Trennung durch Mikrosublimiergerät 374
Barbitursäurederivate, Bestimmung in Blut und anderen physiologischen Substanzen 309; Nachweis im Urin 309
Barium, Bestimmung 120; Abtrennung 367; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen (III) 358
Barium-137, Bestimmung mit Scintillations-γ-spektrometer 370
Bariumrhodizonat, Phasengrenzindicator bei der Titration von Sulfat-Ionen 293
Bariumthiosulfat-monohydrat, als Urtitersubstanz in der Jodometrie 205
Basen, Titration in nichtwäßrigem Medium 372
Bathophenanthrolin, zur Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 116
Bauxit, Bestimmung von Uran 407
Benzaldehyd, Abtrennung 439
Benzimidazolon, Nachweis in biologischem Material 464
Benzin, Nachweis in der Luft 378
Benzoesäurederivate, Bestimmung 157
Benzoin, Abtrennung 439

Benzol, Lösungswärme bei der Gasflüssig-Verteilungschromatographie 436; Nachweis in der Luft 378; Bestimmung von Wasser 203
Benzole, Trennung substituierter Benzole an Ionenaustauschern 363
Benzolhexachlorid, Nachweis 78
Benzolsulfinat, zur Bestimmung von Thorium 206
Benzpyren, Bestimmung 158
Benzyl, Abtrennung 439
Bergbau, Nachweis schädlicher Gase und Dämpfe 378
Beruhigungsmittel, polarographische Bestimmung von Beruhigungsmitteln aus der Klasse der Phenothiazine 232
Beryllium, Nachweis mit Acetylaceton 120; Trennung von mehrwertigen Kationen 281; spektralanalytische Untersuchung von reinstem Beryllium 384; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen (III) 358
Berylliumnitrat, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Berylliumoxyd, spektralanalytische Untersuchung von reinstem Berylliumoxyd 384
Beryllium-Radium-Neutronenquelle, Verwendung in der Neutronen-Aktivierungsanalyse 199
Betastrahleninstrument, Eichung zur Bestimmung von Wasserstoff in Kohlenwasserstoffen 370
Bier, Bestimmung von Monobromessigsäure und ihren Derivaten 447
Bimetallelektroden, Verwendung in der potentiometrischen Titration in Silberionen 48
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Calcium 306; Bestimmung des Kohlendioxyddruckes 146
Biologische Lösungen, Bestimmung von Calcium und Magnesium 144
Biologisches Material, Untersuchung durch Röntgenfluorescenzanalyse 38; Einfluß von Anionen auf die Bestimmung von Na, K, Ca 305; Bestimmung von Orthophosphat neben Phosphorsäureestern 147; von Arsentrioxyd 148; von Schwefel-35 149; von Salicylsäure 158; von Hexachlorcyclohexan 463; Nachweis von Benzimidazolon 464
Biologische Suspensionen, Bestimmung von Magnesium und Calcium 144
Biologische Versuche, Bestimmung des Sauerstoffverbrauches 149
Biscyclohexanon-oxalylhydrazon, zur Bestimmung von Kupfer in hochlegierten Stählen 391
Blausäure, Bestimmung in Nahrungsmitteln und anderen Materialien 443; Nachweis in der Luft 378
Blei, Farbreaktion und R_f-Wert 161; Extraktion des Dithiocarbamidates 15; Verhalten des Nitrilotriessigsäurekomplexes am Anionenaustauscher 283; Nachweis auf Papierchromatogrammen 59; Bestimmung 222; Bestimmung kleiner Mengen 288; Bestimmung mit Metomega Chrome Cyanin BL als Indicator 209; polarographische Bestimmung mit Ascorbinsäure als Grundlösung 54; Bestimmung in Rohkupfer 382; in reinstem Be oder BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; Analyse von Kugellagerlegierungen auf Bleibasis 68; Bestimmung in Akkumulatoren 47; in Eisen-Cadmiummassen 47; in Gesteinen 394; in Erzen 54; in Wolframiten 221; in Uranoxyd 393; Einfluß auf die Chloridbestimmung in Wasser 381; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Thorium neben Blei 286; von Wismut 387
Bleimäntel von Kabeln, Bestimmung von Wismut 387
Bleistyphnat, Bestimmung in Zündgemischen 459
Bleiverarbeitungsprodukte, Bestimmung von Gallium 388
Blut, Bestimmung von Cu und Zn 146; von Calcium und Magnesium 145; von Zink 146; von Tetrachlorkohlenstoff 150; von flüchtigen Fettsäuren in Rinderblut 308; von Harnstoff 309; von Blausäure 443; von Barbitursäureverbindungen 309; von PAS 462; von Glucose 156, 463; von Prothrombin mit Thromboplastin in hämolysiertem Gesamtblut 464; von Cocarboxylase 160
Blutplasma, Bestimmung von Fibrinogen 462; Nachweis von Benzimidazolon 464
Blutserum, Bestimmung von Lipoproteiden durch Papierelektrophorese 155; der Amylaseaktivität 159
Boden, papierelektrophoretische Bestimmung von Mikrokomponenten 395; Bestimmung von Spurenelementen 224; des T-Wertes 73; des Wassers der organischen Substanz und der Carbonate 73; von Schwefel 224

Bodenauszug, Analyse eines wäßrigen Bodenauszuges 224
Bonbons, Verwendung von Chemilumineszenzindicatoren zur Untersuchung gefärbter Bonbons 209
Bor, Bestimmung im Boden 224; von Spuren in Graphit 71; Bestimmung in organischen Verbindungen 140
Borat, elektrophoretische Bestimmung 366
Borsäure, Bestimmung in Methylboratlösungen 283
Brandfestigkeit, Bestimmung von Schmierölen 228
Braunkohle, Bestimmung von Feuchtigkeit 227
Brennstoffanalytik, Bestimmung von Sauerstoff 226
Brenzcatechin, Farbreaktionen 245
Brom, zur colorimetrischen Bestimmung von Histidin 312
Bromat, elektrophoretische Bestimmung 366; Bestimmung neben anderen Oxydationsmitteln 256
Bromchlor, als Maßlösung in der Analyse 98
Bromessigsäure, siehe Monobromessigsäure
Bromid, Nachweis und Identifizierung 303; Bestimmung 294; elektrophoretische Bestimmung 366; Bestimmung in schwefel- und stickstoffhaltigen organischen Verbindungen 304
Bromkresolblau, Säure-Base-Indicator 208
Bromkresolgrün, Säure-Base-Indicator 208
Bromkresolpurpur, Säure-Base-Indicator 208
Bromphenolblau, Säure-Base-Indicator 208
Bromthymolblau, Säure-Base-Indicator 208
Bronzen, Bestimmung von Kupfer in Aluminiumbronzen 325; von Aluminium 123; von Ni, Zn und Al 383
Brucin, als Redoxindicator in der Dichromatmaßanalyse 28; Bestimmung 239
Buchweizen, Bestimmung von Vitamin P 446
Butethamin, Bestimmung und Identifizierung 240
Buttersäure, Bestimmung im Rinderblut 308
Butylgruppen, Einfluß auf zu hohe Alkoxylwerte bei Phenolen 437
Butylnitrite, Bestimmung 142
Butylpyrin, Untersuchung 234
n-Butyraldehyd, Bestimmung in der Luft 66

Cadmium, zur Reduktion von Tl^{III} zu Tl^{I} 130; Extraktion des Dithiocarbamidates 13; Tüpfelreaktion 283; Bestimmung 120; kleiner Mengen 288; Bestimmung mit Metomega Chrome Cyanin BLL als Indicator 209; Bestimmung durch Fällung als Sulfid 122; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; in Uranoxyd 393; in Galvanisationsbädern 72; Einfluß auf die Bestimmung von Ca und Mg 349; auf die Aluminiumbestimmung in Thoriumoxyd 451; Bestimmung von Zink in metallischem Cadmium 385; von Thallium neben Cadmium 129
Cadmium-Eisenmassen, Bestimmung von Kupfer und Blei 47
Cadmiumjodid, Extrahierbarkeit 201
Caesium, Bestimmung von Radiocaesium in Gemischen von Kernspaltprodukten 117; Bestimmung von Spaltprodukten in Seewasser 67
Caesium-137, Bestimmung mit Scintillations-γ-spektrometer 370
Calcein bei der Bestimmung von Calcium im Urin 305
Calcium, Bestimmung 120, 121, 202, 353, 355; Ultramikrobestimmung 122; flammenphotometrische Bestimmung 282; von Spuren 116; amperometrische Bestimmung 47; Bestimmung neben anderen Metallen 349; neben Magnesium 121; Abtrennung 367; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Wolfram-Metallpulver 388; in Wolframmetall und -oxyden 452; in Wasser und Pflanzenaschen 380; in Dolomiten 222; in Aluminiumsilicaten 71; Bestimmung bei der Untersuchung des Calciumstoffwechsels 145; Bestimmung in Knochenaschen 306; in biologischen Lösungen und Suspensionen 144; in Blut 145; in Blut und Cerebrospinalflüssigkeit 145; im Serum 38; im Urin 305; Einfluß von Anionen auf die flammenphotometrische Bestimmung in biologischem Material 305; auf die Chloridbestimmung in Wasser 381; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; spektralanalytische Bestimmung von Lithiumspuren 68; Bestimmung von Al, Si und Cu in Ca 385

Calcium-45, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 306
Calciumarsenat, Bestimmung von Arsen in technischem Calciumarsenat 77
Calciumoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Calciumstoffwechsel, Probleme der Calciumbestimmung 145
Calcon, bei der Bestimmung von Calcium in Urin 305
Calorimeter, zur Messung der Wärmetönung langsam verlaufender Reaktionen 209
Capillarsäulen, Anwendung mit modifiziertem Argondetektor zur gaschromatischen Trennung von Kohlenwasserstoffen 365
Capronsäure, gaschromatographische Trennung 435
Captan, Nachweis 178
Carbonate, Bestimmung im Boden und Ton 73
Carbonathärte, Bestimmung in Wasser 379
Carbonsäuren, Erkennung in der benzollöslichen Fraktion des Luftstaubes 376; Bestimmung aromatisch-aliphatischer Carbonsäuren 157
Carbonylgruppen, Bestimmung 437
Carbonylverbindungen, Bestimmung 212; Trennung aromatischer Carbonylverbindungen 439
Carboxylsäuren, Bestimmung 212
Carminsäure, zur Bestimmung von Thorium, Lanthan und Cer(III) 125
d-Catechin, Bestimmung 63
Cer, R_f-Wert 285; polarographische Bestimmung 125; Bestimmung mit Perjodsäure 285; Trennung von Thorium durch Ionenaustausch 285; Bestimmung von Spaltprodukten in Seewasser 67; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung kleiner Mengen La, Pr, Ne und Y 284
Cer-144, Bestimmung mit Scintillations-γ-spektrometer 370
Cer (III), Bestimmung mit Carminsäure als Indicator 125
Cerebrospinalflüssigkeit, Mikroelektrophorese 150; Bestimmung von Calcium und Magnesium 145
Cerperchlorat, als Oxydationsmittel in der Amperometrie 47
Chelatometrie, Überblick über die Fortschritte 51; Verwendung und Technik 202
Chemilumineszenzindicatoren, Verwendung von Diacridinderivaten als Chemilumineszenzindicatoren 209; Verwendung für Neutralisations- und Redoxsysteme 208
Chinacin, Bestimmung in Gewebe und Leber 400
Chinasäure, Bestimmung 63
Chinin, Bestimmung in Gewebe und Leber 400
2-Chinizarinsulfonsäure zur Bestimmung von Aluminium 123
Chinone, Tüpfelnachweis 439
Chlor, spektralphotometrische Bestimmung von elementarem Chlor 294; Nachweis in der Luft 378; Bestimmung in Viehfutter und Stallmist 225; im Serum 38
Chloramphenicol, Bestimmung ketonischer Stoffe 233
Chlorat, elektrophoretische Bestimmung 366; polarographische Analyse von Lösungen 134; Bestimmung neben anderen Oxydationsmitteln 256
Chlorcyan, Nachweis in der Luft 379
Chlorid, Nachweis und Identifizierung 303; Bestimmung 294, 296; elektrophoretische Bestimmung 366; Titration 134; nach VOLHARD 295; Bestimmung in schwefel- und stickstoffhaltigen organischen Verbindungen 304; in Wasser 379; von Spuren in Wasser 381; kleiner Mengen in Wasser, Papier und Pappe 69; in Titan und Zirkonium 68; in Sand und anderen festen Stoffen 222
Chlorisonitrosoaceton, Bestimmung 143
Chlorit, IR-spektrographische Analyse unbekannter Chloritmineralproben 221
α-(4-Chlor-2-methyl-phenoxy)-propionsäure, Bestimmung 215
α-(6-Chlor-2-methyl-phenoxy)-propionsäure, Bestimmung von α-(4-Chlor-2-methyl-phenoxy)-propionsäure 215
Chlorodifluoromethan, Analyse der schweren Pyrolyseprodukte 365
Chloroform, zur Bestimmung von elementarem Chlor 294; Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 461; Bestimmung von Wasser 203
Chlorogensäure, Bestimmung 63
Chlorphenolrot, Säure-Base-Indicator 208
2-Chlorpropionsäure, Bestimmung 215
Chlorresorcine, Farbreaktion 245
Chlorthion, Nachweis 178
Chlorverbindungen, Bestimmung von Halogenen 304
Cholagol, Bestimmung von Frangula-Emodin 232

Cholinesterase-Hemm-Methode, zur Analyse von Phosphorinsecticiden 80
Chrom, Extraktion des Dithiocarbamidates 17; Bestimmung 222; in reinstem Be und BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Uranoxyd 393; in Eisen und Stahl 220; im Stahl 454; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Uran neben Chrom 128; von Titan 389; von Phosphor 454
Chrom(III), Bestimmung 360
Chrom(II)-acetat, als Reduktionsmittel in nichtwäßriger Lösung 200
Chrom-Nickel-Legierungen, Bestimmung von Eisen, Chrom und Nickel 455
Chrom(II)-sulfatlösung, zur Uranbestimmung neben anderen Metallen 128
Chrom-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Chromatographie, Verteilungschromatographie an Ionenaustauschern 363; an Zwirnsfäden 50; Anordnung zur automatischen Registrierung der Extinktion von Eluaten 363
Chromotropsäure, zur Prüfung von Glycerinsäuren 156
Chronopotentiometrische Messungen an festen Elektroden 48
Cinarin, Bestimmung 232
Citronensäure, amperometrische Bestimmung 47
Cocain, Abtrennung 239
Cocarboxylase, Bestimmung in Lösung, im Blut und in tierischem Gewebe 160
Cochenille, R_f-Wert 447
Codein, Analyse 235; Mikrobestimmung 238
Coffein, Bestimmung 237
Collidin, Nachweis 237
Colorimetrie, automatische Registrierung colorimetrischer Werte 40
Copolymere von o-Dibrom- und m-Dichlorbenzol, stationäre Phase in der Gaschromatographie 41
Cortison, Bestimmung 318
Coulometrie, Anwendungen 368; Korrekturen bei coulometrischen Analysen mit kontrolliertem Potential 45; Verfahren zur Titration von Perchlorsäure und Essigsäure nebeneinander 45
Crotonaldehyd, Bestimmung in der Luft 66
Cumarinderivate, Bestimmung 157
Cumarsäure, Bestimmung 63
Cumarsäurelacton, Bestimmung 63
Curcumin, R_f-Wert 447
Cyanidionen, Nachweis 207; Einfluß auf die Lichtabsorption in Lösungen von symmetrischem Trinitrobenzol 207
Cyanoferrat(II), für Fällungstitrationen nach der Dead stop-Methode 48
Cyclohexan, Lösungswärme bei der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 436
Cyclohexanon, zur Extraktion von Metallsalzen 201
Cyclohexanonderivate, zur Extraktion von Metallsalzen 201
Cyclohexen, Lösungswärmen bei der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 436
Cycloparaffin, Bestimmung in Naphtha 74; Auftrennung des Cycloparaffinanteiles von Naphtha in Normal-, Iso -und Cycloparaffin 74
Cyclopenten, Lösungswärmen bei der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 436
Cystein, Bestimmung 310
Cysteinsäure, Bestimmung 427
Cystin, Bestimmung 427
Cytidin, Bestimmung 159
Cytidin-5′-phosphat, Bestimmung 159
Cytosin, Bestimmung 159
Cytosinhaltige Verbindungen, Trennung 159

Dämpfe, Nachweis schädlicher Dämpfe in Bergbau und Industrie 378
Dead stop-Methode, neue Auffassung 48
Debye-Scherrer-Diagramme, zur Identifizierung kristalliner Phasen in der chemischen Analyse 38
DDT, Nachweis 178
Defebrin, Bestimmung in Suppositorien 235
Demeton-methyl, Bestimmung in Kartoffeln, Salat, Kohl und Rosenkohl 78
Desoxybenzoin, Abtrennung 439
Desoxycytidin, Bestimmung 159
Desoxycytidin-5′-phosphat, Bestimmung 159
Destillationsvorrichtung, für Halbmikromengen mit einstellbarem Rückflußverhältnis 374
Detektoren, Verwendung eines Argondetektors in der gaschromatographischen Trennung von Kohlenwasserstoffen 365
Deuterium, Zusammensetzung binärer Gemische mit Stickstoff 377; Bestimmung in Stoffen, die 100 Atomprozent Deuterium enthalten 300

Deuteriumoxyd, kryoskopische Bestimmung im Wasser 67
Diacetyl, oxydimetrische Bestimmungsmethode 413
Diacetyldioxim, Untersuchung der Oxydationsprodukte der Nickelverbindung 138
Diacridinderivate, Verwendung als Chemiluminescenzindicatoren 209
4-Diäthylamino-benzoldiazonium-zinkchlorid, Bestimmung 218
Diäthylammonium-diäthyldithiocarbamidat, Extraktionen mit Lösungen in organischen Lösungsmitteln 1
Diäthylentriamin, Nachweis 237
Diäthylstilboestrol, Bestimmung 318
N,N′-Diäthyltoluylamid, Bestimmung der drei Isomeren 78
N,N′-Diallyldiacridindinitrat, Verwendung als Chemiluminescenzindicator 209
1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure, Anwendungsmöglichkeiten 373
Diaminophosphorsäure, Bestimmung 57
Diantipyrylmethan, Komplexsalze mit Tetrabromothalliumsäure 129
Diantipyrylmethankomplex der Tetrabromothalliumsäure, zur Bestimmung von Thallium in Gegenwart von Cu, Zn, Cd, Bi, Fe und Sb 129
Diantipyryl-phenylmethan, Komplexsalze mit Tetrabromothalliumsäure 129
Diazinon, Nachweis 178; Bestimmung 80; Extraktion und Identifizierung im Salat 79
Diazoniumverbindungen, spektralphotometrische Bestimmung von stabilisierten Diazoniumverbindungen 218
o-Dibrombenzol, Verwendung von Copolymeren mit m-Dichlorbenzol als stationäre Phasen 41
Dibucain, Identifizierung und Bestimmung 240
Dicarbonsäuren, Bestimmung 157
2,2′-Dichinolyl, Komplexbildung von Derivaten mit zweiwertigem Eisen 136
m-Dichlorbenzol, Verwendung von Copolymeren mit o-Dibrombenzol in der Gaschromatographie 41
Dichlorformoxim, Bestimmung 143
α-(4,6-Dichlor-2-methyl-phenoxy)-propionsäure, Bestimmung von α-(4-Chlor-2-methyl-phenoxy)-propionsäure 215
2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, zur Bestimmung von Thorium 125
2,2-Dichlorpropionsäure, Bestimmung 215
Dichlorresorcine, Farbreaktionen 245
Dichromatmaßanalyse, Brucin als Redoxindicator 28
Dichte, Bestimmung 460
Dieldrin, Nachweis 178
Dielektrische Messungen mit einer Hochfrequenztitrationsapparatur 369
Differentialspektrophotometrie, Anwendungen 62
Diglycerin, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364
3,6-Dihydroxy-2,4-bis-[N,N′-di-(carboxymethyl)-aminomethyl]-fluoran zur Bestimmung von Calcium 122
Dihydroxydiphenyl, Farbreaktion 244
Dihydroxynaphthalin, Farbreaktionen 245
Dihydroxynaphthaline zur Prüfung von Glycerinsäuren 156; Farbreaktionen 244
Dihydroxynaphthyl, Farbreaktionen 244
Dihydroxysteroide, Bestimmung der Hydroxykomponenten 316
1,4-Dikaffoylchinasäureester, Bestimmung 232
2,2′-p-(Di-o-methoxy)-diphenylen-3,3′-5,5′-tetraphenylditetrazoliumchlorid zur Bestimmung von Phenylacetylcarbinol 143
4-Dimethylamino-benzoldiazoniumzinkchlorid, Bestimmung 218
Dimethyldiacridiliumnitrat, Verwendung als Indicator 208
Dimethylgelb, Säure-Base-Indicator 208
Dimethylglyoxim, zur Nickelbestimmung in Anwesenheit eines Oxydationsmittels 137
Dimethylharnstoff, Bestimmung von Monomethylharnstoff neben Dimethylharnstoff 144
Dimethyloxalat, Darstellung und Reinigung 205
Dimethylparaffine, gaschromatographische Untersuchung 42
Dimethylphenole, Bestimmung 217
2,5-Dimethyltetrahydrofuran, Bestimmung in der Luft 66
3,5-Dinitrobenzoate, zur Bestimmung organischer Hydroxyverbindungen 142
γ-Dinitrophenol, Säure-Base-Indicator 208
2,4-Dinitrophenylhydrazin zur Bestimmung von Aceton in Körperflüssigkeiten 308
p,p′-Dioctyldiphenylamin, Bestimmung in hydraulischen Ölen 398

Di-octyl-sebacinat, stationäre Phase bei der Trennung von Fettsäuren 435
3,5-Dioxo-1,2-diphenyl-4-butylpyrazolidin, Untersuchung 234
Diphenylaminsulfonat zur Bestimmung von Eisen 136
Diphenylbenzidindecasulfonat, zur Bestimmung von Eisen 136
Diphenylcarbazon, zur Bestimmung von Quecksilber(II) 123
N,N′-Diphenyldiacridindinitrat, Verwendung als Chemilumineszenzindicator 209
Diphenylnatrium-dimethoxyäthankomplex zur Bestimmung von Halogenen in stabilen Fluor- und Chlorverbindungen 304
N,N′-Dipropyldiacridindinitrat, Verwendung als Chemilumineszenzindicator 209
2,2′-Dipyridyl, Komplexbildung von Derivaten mit zweiwertigem Eisen 136
Disulfide, Bestimmung 213
2,6-Ditert.-butyl-4-methylphenol, Erhalt von zu hohen Alkoxylwerten 437
Dithiocarbamidate, Untersuchung über disubstituierte Dithiocarbamidate 1
o-Dithiole, Verwendung in der Analyse 206
Dithionat, Abtrennung 133
Dithionit, Bestimmung 131
Dithiooxamid zur Simultanbestimmung von Spuren Co, Ni, Cu in verschiedenen Legierungen 385
Dithizon, zur komplexometrischen Aluminiumbestimmung 192
Dithranol, Bestimmung 460
N,N′-Ditolyl-diacridindinitrate, Verwendung als Chemilumineszenzindicator 209
Dolomite, spektrochemische Analyse 222
Doppelbindungen, Bestimmung in Polybutadienen 434
Dowex-1 zur Adsorption von Uran aus salzsaurer Lösung 401
Dysprosium, R_f-Wert 285
Dysprosiumoxalat, thermische Zersetzung 124

Echtgrau R. A., Säure-Base-Eigenschaften 167
Edelgase, Trennung bei der Rektifizierung von Luft 65
Einfachextraktion, Bedingungen der analytisch verwendbaren Einfachextraktion 201
Eisen, Extraktion des Dithiocarbamidates 18; Bestimmung kleiner Mengen 288; Bestimmung mit Na-Diphenylaminsulfonat 136; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Wolfram-Metallpulver 388; im Stahl 454; Bestimmung von Fe^{II} und Fe^{III} in Gesteinen 394; Bestimmung in Aluminiumsilicaten 71; in Dolomiten 222; im Boden 395; in Uranoxyd 393; in Wolframoxyd 223; im Serum 307; spektralanalytische Bestimmung von Spurenverunreinigungen 221; Bestimmung von Thallium neben Eisen 129; von Uran neben Eisen 128; von Chrom 220; von Molybdän 294
Eisen(II), Komplexbildung mit Dipyridylderivaten 136; Bestimmung mit Kaliumdichromat 29; Einfluß auf die Chloridbestimmung in Wasser 381; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358
Eisen(III), Bestimmung von 1—10 mg im Liter 297; photometrische Titration kleiner Mengen 137; Titration mit Ferron als Indicator 297; komplexometrische Titration 356; Bestimmung mit Phosphorsäure in wäßrig-alkoholischem Medium 428; indirekte Bestimmung mit Hilfe von 4-Hydroxybenzthiazol 369
Eisen-Cadmiummassen, Bestimmung von Kupfer und Blei 47
Eisen(III)-chlorid zur Bestimmung von Zinn 53
Eisenerze, Bestimmung von Mangan 456
Eisenoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Eisen(III)-perchloratreagens zur Bestimmung von Steroidestern 317
Eisen-phenanthrolin, zur Bestimmung von Tellurspuren 133
Eisen(II)-1,10-Phenanthrolin zur Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 116
Eisen-Siliciumlegierungen, Bestimmung von Co, Ni und Cu 385
Eisen-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Eiweiß, Auswertung von Elektropherogrammen 43; Bestimmung kleinster Mengen mit Hilfe des Proteinfehlers 155; Bestimmung von Riboflavin 444
Eiweißhydrolysate, Bestimmung von Histidin 312
Eiweißstickstoff, Mikrobestimmung 141

Eiweißstoffe, Bestimmung der Konzentration von Ammoniumsulfatlösungen zur Bestimmung von Eiweißstoffen 204
Elektroden, Verwendung von Bimetallelektroden in der Argentometrie 48; Anwendung der Silber-Silberchloridelektroden 49; voltammetrische Messungen an Aluminiumelektroden 49; reproduzierbar arbeitende Graphitelektroden 49; stationäre Platinelektrode zur Voltammetrie des Rhodanidions 52; Anwendung rotierender Platinelektroden in der Polarographie 45; chronopotentiometrische Messungen an festen Elektroden 48
Elektrolyse, Messung der Temperaturunterschiede zwischen Anode und Kathode 367
Elementaranalyse durch nasse Oxydation 299; Bestimmung von acetylenischem Wasserstoff mit Silberperchlorat 300; von Deuterium in Stoffen, die 100 Atomprozent Deuterium enthalten 300; von Bor in organischen Verbindungen 140; von B, C und H in organischen Verbindungen 140; von Stickstoff nach KJELDAHL 140; von Stickstoff nach KJELDAHL in Heterocyclen 301; von Ammonium- und Eiweißstickstoff 141; Aufklärung von Reaktionen, welche bei der Aminostickstoffbestimmung anomale Resultate verursachen 301; Halbmikroapparatur zur Bestimmung von Stickstoff und Phosphor durch nasse Veraschung 300; mikroanalytische Schnellbestimmung von Phosphor und Halogenen 302; Bestimmung von Sauerstoff 303; von Sauerstoff-18 in organischen Verbindungen 210; von Schwefel in organischen Verbindungen 210; Nachweis und Identifizierung von Halogenen in organischen Verbindungen 303; Bestimmung von Halogenen in stickstoff- und schwefelhaltigen organischen Verbindungen 304; von Halogen in stabilen Fluor- und Chlorverbindungen 304
Elemente, Bestimmung inaktiver Elemente in radioaktiven Präparaten 50
Ellagsäure, Bestimmung 63
Eluate, Anordnung zur fortlaufenden Bestimmung der Extinktion 363
Emodin, Bestimmung von Frangula-Emodin 232
Emulsionsneigung, Bestimmung von Schmierölen 228
Endpunkt, Ermittlung bei potentiometrischen Titrationen 44
Endrin, Nachweis 178
Enzym-Substrat-Verbindungen, Nachweis 160
Ephedrinähnliche Substanzen, Bestimmung in Gewebe 400
Ephedrinhydrochlorid, Titration in nichtwäßrigem Medium 237
L-Epicatechin, Bestimmung 63
L-Epigallocatechin, Bestimmung 63
EPN, Bestimmung 80
Erbium, spektrographische Bestimmung 124; R_f-Wert 285
Erdalkalimetalle, papierelektrophoretische Trennung 366
Erze, Bestimmung des Verhältnisses Thorium zu Uran 392; Bestimmung von Blei 54; Nachweis von Antimon mit Hilfe eines Kristallphosphors mit Hexacyanoferrat (II) 371; Bestimmung von Mangan 455
Erzstaub, Vermeidung von Fehlern bei der Bestimmung von Quarz 455
Essigsäure, Titration neben Perchlorsäure 45; Trennung von Schwefelsäure 199; Bestimmung im Rinderblut 308; Bestimmung von Schwefelsäure in Acetylierungsgemisch 458
Essigsäureanhydrid, Bestimmung von Schwefelsäure in einem Acetylierungsgemisch 458
Essigsäureester, gaschromatographische Untersuchung 41, 42
Euchinin, Bestimmung von Anaesthesin neben Euchinin 230
Eudialith, Bestimmung von Zirkonium 206
Eugenol, Farbreaktion 245
Extinktionsverlauf, Registrierung an papierchromatographischen Flecken oder an Zonen in Elektropherogrammen 43
Extraktion, Bedingungen der analytisch verwendbaren Einfachextraktion 201
Extraktionstitration zur Bestimmung von Natrium 117
Extraktionsverfahren, Einfluß sterisch hindernder Gruppen auf die Verteilungskoeffizienten bei Extraktionsverfahren 201

Fällungstitrationen, Verwendung von Magdalarot als Fluorescenzindicator 208
Falicain, Abtrennung 239
Farbreaktionen, photometrische Auswertung auf Papier 423

Farbstoffe, Eignung zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366; Bestimmung synthetischer Farbstoffe in Lebensmitteln 64
Fast Grey R. A., Säure-Base-Eigenschaften 167
Fehler bei der Spektralanalyse nach dem „Verfahren mit einmaliger Zugabe" 39
Fehlerkontrolle bei Serienanalysen 202
Ferbam, Nachweis 178
Ferrochrom, Bestimmung von Titan 389
Ferroin, zur Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 115
Ferromangan, Bestimmung von Titan 389
Ferromolybdän, Bestimmung von Titan 389
Ferron, Indicator zur komplexometrischen Bestimmung von Eisen(III) 297
Ferrosilicium, Bestimmung von Titan 389; von Schwefel 454
Ferrovanadin, Bestimmung von Titan 389
Ferrowolfram, Bestimmung von Titan 389
Festsubstanzen, Bestimmung von Chlorid 222
Fett, butyrometrische Bestimmung im Rahm 442; Bestimmung von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 442; Kontrolle und Prüfung von Schmierfetten 228
Fettsäuren, Bestimmung gesättigter Fettsäuren durch Chromatographie an Ionenaustauschern 363; gaschromatographische Trennungsmöglichkeiten 435; gaschromatographische Abtrennung 364; chromatographische Trennung niederer Fettsäuren 213; Bestimmung in Rinderblut 308
Fettstoffe, Untersuchung der Fettstoffe des menschlichen Hautfettes 150; Bestimmung von Neuraminsäure in Gehirnfettstoffen 155
Feuchtigkeit, Bestimmung in Stein- und Braunkohle, Sand, Holz und Salzen 227
Fibrinogen, Bestimmung in Blutplasma 462
Filme, Analyse der Oxydfilme, die durch Oxydation auf Kupfer gebildet werden 219
Filtrierpapiere, Eignung für Tüpfelanalysen 50
Flammen, Volumen-, Temperatur- und Intensitätsmessungen an Knallgasflammen 334
Flammenphotometrie, Überblick über die Störungen bei quantitativen Analysen 40
Fluoresceinderivate, Identifizierung 440
Fluoresceinkomplexon, Verwendung in der Chelatometrie 51; bei der Bestimmung von Calcium im Urin 305
Fluorescenzindicatoren, Magdalarot bei Fällungstitrationen 208
9α-Fluorhydrocortison, Bestimmung 318
9α-Fluor-11-hydroxyandrostendion, Bestimmung 319
Fluorid, elektrophoretische Bestimmung 366; Oxydationen mit Permanganat in Gegenwart von Fluorid 94, 162; Titration von Tellur(IV) mit Permanganat neben Fluorid 94
Fluoride, Bestimmung von Silicium in schwer löslichen Fluoriden 71
Fluormonoxyd, Bestimmung in der Luft 65
Fluorverbindungen, Bestimmung von Halogenen 304
Formaldehyd, gaschromatographische Abtrennung 364; Nachweis in der Luft 378
Frangula-Emodin, Bestimmung 232
Fruchtsaft, Bestimmung von Monobromessigsäure und ihren Derivaten 447
Fumarsäure, Bestimmung 98
Funktionelle Gruppen, Nachweis und Bestimmung 211
Furfurol, Reaktion mit Aminosäuren 310; Farbreaktionen 241,244; colorimetrische Untersuchung 241; colorimetrische Bestimmung mit Anthranilsäure 440

Gadolinium, R_f-Wert 285
Galactosebelastung, Bestimmung mit der Sedimentationsanalyse 202
Gallium, Extraktion des Dithiocarbamidates 13; flammenphotometrische Bestimmung (Berichtigung) 320; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; in Produkten der Blei- und Zinkverarbeitung 388
Gallocatechin, Bestimmung 63
Gallussäure, Bestimmung 63
Galvanisationsbäder, Bestimmung von Zn und Cd 72
Gasblasen, Untersuchung in Spiegelglas 396
Gaschromatographie, Bestimmung der Säulenwirksamkeit in der Gas-Flüssig-Chromatographie 41; Verwendung verschiedener stationärer Phasen zur Trennung wasserhaltiger Mischungen

364; von β, β'-Oxydipropionitril und Hexaäthylenglykol-dimethyläther als stationäre Phasen 198; Fraktionierung eines Substanzgemisches in einem Gaschromatographen 365; Analyse des schweren Pyrolyseproduktes des Chlorodifluoromethans 365; Herstellung eines Hochtemperaturgaschromatographen 41; Anwendung von Capillarsäulen mit modifiziertem Argondetektor zur gaschromatographischen Trennung von Kohlenwasserstoffen 365; Analyse mit Thermistor-Wärmeleitzellen durch verschiedene Wärmeleitfähigkeit 41
Gase, polarographische Analyse 368; Untersuchung des Kohlenwasserstoffanteiles von Auspuffgasen von Kraftfahrzeugen 377; Nachweis schädlicher Gase in Bergbau und Industrie 378; chromathermographische Analyse von Kontaktgasen 66; Bestimmung von Schwefelwasserstoff in Koksofengasen 66
Gas-flüssig-Chromatographie, Bestimmung der Säulenwirksamkeit 41
Gasförmige Verunreinigungen, Bestimmung in der Luft 376
Gehirnfettstoffe, Bestimmung von Neuraminsäure 155
Gemüse, Bestimmung von Phenkaptonerückständen 448
Genauigkeit der Papierelektrophorese 43
Germanium, Extraktion des Dithiocarbamidates 14; Bestimmung von Kupferbeimengungen durch Aktivierungsanalyse 386
Germaniumdioxyd, Bestimmung von Sulfat in reinem Germaniumdioxyd 131
Gesamtblut, Bestimmung von Prothrombin mit Thromboplastin 464
Gesamthärte, Bestimmung in Wasser 379
Gesteine, Bestimmung von Blei 394; von Schwefel 395; von Eisen(II) und Eisen(III) 394
Getreideprodukte, Bestimmung des Vorkommens von Spaltprodukten der Phytinsäure 226
Gewebe, Bestimmung von Zink 146; von Phosphor in textilen Geweben 75; Isolierung basischer Arzneistoffe 399; Bestimmung von Cocarboxylase in tierischem Gewebe 160
Glas, Bestimmung der Gasblasen in Spiegelglas 396
Globucid, Bestimmung 231
Glucose, Bestimmung in Körperflüssigkeiten 156; in Blut und Harn 463
Glucose-1-phosphat, Bestimmung anorganischer Phosphate neben Glucose-1-phosphat 463
Glutamin, Bestimmung 310
Glutaminsäure, Bestimmung 151, 310, 427
Glycerin, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364; Bestimmung durch Oxydation 433
Glycerinmonoleat, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364
Glycerinsäuren, Prüfmethode freier und phosphorylierter Glycerinsäuren 156
Glycin, Bestimmung 151,310, 427; Abtrennung 153
Glykokoll, Bestimmung 151, 310, 427; Abtrennung 153
Glykolipoide, Bestimmung der Kohlenhydratkomponente 314
Gold, Extraktion des Dithiocarbamidates 12; Trennung von Palladium oder Platin 119
Gold(III), Bestimmung mit Nitron 119
Gold-Nickellegierungen, Bestimmung von Nickel 391
Graphit, Bestimmung von Spurenmetallen in Graphit von Atomreaktoren 116; von Spuren Bor 71
Graphitelektrode, reproduzierbar arbeitende Graphitelektrode 49
Gruppen, Nachweis und Bestimmung funktioneller Gruppen 211
Gußeisen, Bestimmung von Magnesium 390

Hämoglobin, Beweglichkeit verschiedener Derivate bei der Hochspannungselektrophorese 464
Härte, Bestimmung der Carbonat- und Gesamthärte in Wasser 379
Halogene, Nachweis und Identifizierung 303; gleichzeitige Bestimmung mit Phosphor 302; Bestimmung in schwefel- und stickstoffhaltigen organischen Verbindungen 304; in stabilen Fluor- und Chlorverbindungen 304; in Nahrungsmitteln 441
Halogenverbindungen, coulometrische Reduktion von 8 organischen Halogenverbindungen 212
Harn, Bestimmung von Histidin 312; von Ascorbinsäure 159; von Zucker 202; von Glucose 156, 463; von Oestron, Oestradiol, Oestriol im menschlichen Harn 317; Trennung von Oestron, Oestradiol und Oestriol 158; Bestimmung von N-(5-Nitro-2-furfuryliden)-1-aminohydantoin 154; siehe auch Urin

Harnextrakte, Bestimmung von Oestrogenen 158
Harnstoff, Bestimmung im Blut 309
Hautfett, Untersuchung der Fettstoffe 150
Hesperetin, Bestimmung 157
Heterocyclen, Verhalten an Austauschern 436; Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 301; Reaktion der Lactamgruppe mit salpetriger Säure 302
Hexachlorcyclohexan, Nachweis 178; Bestimmung in biologischem Material 463
Hexacyanoferrat(II), Reaktion mit $CuSO_4$ 281; Bildung eines Kristallphosphors aus Hexacyanoferrat(II) und Antimon 371
Hexacyanoferrat(III) zur Hydrazinbestimmung 290
Hexacyanoferrate, elektrophoretische Bestimmung 366
n-Hexan, Analyse oxydierter Produkte von n-Hexan in der Luft 66
Hexantriol, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364
Hexosen, Bestimmung in Sulfitablaugen 76
Histidin, Bestimmung 151, 310, 427; in Eiweißhydrolysaten und Harn 312; Bestimmung von Lysin neben Histidin 311
Hochfrequenztitrationen, Apparatur 369
Hochfrequenztitrationsapparatur für dielektrische Messungen 369
Hochtemperaturgaschromatograph, Herstellung 41
Hochvakuumsiliconfett, stationäre Phase in der Gaschromatographie 41
Holmium, spektrographische Bestimmung 124
Holz, Bestimmung von Feuchtigkeit 227
Homologe, chemische Sorption zur Trennung 210
Humanserum, Elektrophorese der Lipoproteide 314
Hydrazin, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 290
Hydrochinon, zur reduktometrischen Bestimmung von Kupfer 321; zur amperometrischen Bestimmung von Iridium 298; Farbreaktionen 245; Bestimmung mit Dichromat und Brucin als Indicator 30
Hydrocortison, Bestimmung 318
Hydrogensulfat, Abtrennung 133
Hydroxyacetophenon, Farbreaktion 244
10-[3-(4-β-Hydroxyäthyl-1-piperazinyl)-propyl]-2-chlorophenthiazin, Bestimmung 232
11-Hydroxyandrostendion, Bestimmung 319
Δ^1-11-Hydroxyandrostendion, Bestimmung 319
4-Hydroxybenzthiazol, amperometrische Bestimmung 369
Hydroxycarbonsäuren, Bestimmung 157; Nachweis hydroaromatischer Hydroxycarbonsäuren in Traubenbestandteilen, Wein und weinähnlichen Produkten 63
8-Hydroxychinaldin zur Bestimmung von Indium 288
8-Hydroxychinolin, zur Bestimmung von Aluminium 451; UV-Absorptionsspektrum 281
5-Hydroxyindolessigsäure, Bestimmung 320
Hydroxyl-Äquivalente, Bestimmung in Steroiden durch Infrarotspektroskopie 315
Hydroxylamin, Bestimmung 290, 437
Hydroxylaminreagens zur Bestimmung von Steroidestern 317
Hydroxylgruppen, Bestimmung mit Lithium-aluminium-di-n-butylamid 432
Hydroxylionen, Einfluß auf die Lichtabsorption in Lösungen von symmetrischem Trinitrobenzol 207
Hydroxylkonzentration, Bestimmung in Polyäthylenglykol 459
Hydroxylverbindungen, Analyse 211; organischer Hydroxylverbindungen 142
Hydroxymethylfurfurol, Farbreaktionen 241, 244
2-Hydroxy-3-naphthoesäure, Indicator bei der komplexometrischen Eisen-(III)-bestimmung 356.
3-Hydroxy-1-phenyl-3-methyltriazin, zur Bestimmung kleiner Mengen Eisen(III) 297
9-(o-Hydroxyphenyl)-2,3,7-trihydroxyfluoron zur Bestimmung von Sulfat und Thorium 131
Hydroxyprolin, papierchromatographische Bestimmung 311
α-Hydroxysäuren, Bestimmung durch Oxydation 433
Δ^5-3-β-Hydroxysteroide, Bestimmung 316
5-Hydroxytryptamin, Bestimmung 320
Hyponitrite, Nachweis 56

Imidosulfat, Analyse des Ammoniumsalzes 132
Iminotetrametaphosphorsäure, Bestimmung 57

Iminotrimetaphosphorsäure, Bestimmung 57
Indicatoren, Bariumrhodizonat als Phasengrenzindicator bei der Sulfattitration 293; neuer Indicator für die Acidimetrie 207; Spektren von verschiedenen Säure-Basen-Indicatoren 208; Verwendung von Chemilumineszenzindicatoren bei Neutralisations- und Redoxtitrationen 208; von Diacridinderivaten als Chemilumineszenzindicatoren 209; von Magdalarot als Fluorescenzindicator bei Fällungstitrationen 208; Brucin als Redoxindicator in der Dichromatmaßanalyse 28; Ferron zur komplexometrischen Bestimmung von Eisen(III) 297; Verwendung von Metomega Chrome Cyanin BLL als Metallindicator 209
Indigotin, R_f-Wert 447
Indium, Extraktion des Dithiocarbamidates 13; flammenphotometrische Bestimmung (Berichtigung) 320; fluorimetrische Bestimmung 287; spektralphotometrische Bestimmung mit Neothoron 287; maßanalytische Bestimmung 288; gravimetrische Bestimmung mit 8-Hydroxychinaldin 288; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384
Industrie, Nachweis schädlicher Gase und Dämpfe 378
Infrarotspektroskopie zum Nachweis von Pflanzenschutzwirkstoffen in Mischungen 175
Insecticide, Analyse organischer Phosphorinsecticide durch Cholinesterase-Hemm-Methode 80
Intensität, Messung in Knallgasflammen 334
Ionenaustausch, Anordnung zur automatischen Registrierung der Extinktion von Eluaten 363
Ionenaustauscher, verteilungschromatographische Untersuchungen an Ionenaustauschern 363
Irgapyrin, Untersuchung 234
Iridium, Extraktion des Dithiocarbamidates 19; amperometrische Bestimmung 298; Bestimmung neben Rhodium 139
Isatin, Reaktion mit Aminosäuren 310, 311
Isoamylnitrite, Bestimmung 142
Isochlorogensäure, Bestimmung 63
Isoeugenol, Farbreaktion 245
Isoleucin, Bestimmung 310, 427
Isomere, chemische Sorption zur Trennung 210
Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung im Urin 159
Isonicotinsäurehydrazin, zur Unterscheidung von Δ^4-3-Ketosteroiden und $\Delta^{1,4}$-3-Ketosteroiden 316
Isoparaffin, Bestimmung in Naphtha 74

Jod, Bestimmung als Thyroxin 38
Jod-131, Bestimmung mit Scintillations-γ-spektrometer 370; Bestimmung in Urin 149
Jodationen, Bestimmung neben anderen Oxydationsmitteln 256; Bestimmung von Perjodat neben Jodat 135
Jodid, Nachweis und Identifizierung 303; Bestimmung 294; elektrophoretische Bestimmung 366; Bestimmung in schwefel- und stickstoffhaltigen organischen Verbindungen 304
Jodide, amperometrische Bestimmung 47
Jodid-Wasserstoffperoxyd-Reaktion, Bestimmung von Tantal durch Katalyse der Reaktion 62
Jodometrie, Kupfer(II)-oxyd sowie Bariumthiosulfat-monohydrat als Urtitersubstanzen 205

Kabel, Bestimmung von Wismut in den Bleimänteln 387
Kälteverfahren, Untersuchung von Schmierölen 228
Kaffeesäurelacton, Bestimmung 63
Kaffeesäuren, Bestimmung 63
Kakaoerzeugnisse, Fremdfettbestimmung 442
Kalimagnesia, Bestimmung des Magnesiumanteils in schwefelsaurer Kalimagnesia 223
Kalium, qualitativer Nachweis 280; flammenphotometrische Bestimmung von Spuren 116; Bestimmung durch Titration mit Natriumtetraphenyloborat 117; Abtrennung durch Ionenaustausch 280; Bestimmung im Wein 440; Nachweis in Partikeln in der Luft 65; Bestimmung in Wässern 380; in Wolfram-Metallpulver 388; in Wolframmetall und -oxyden 452; in Wolframoxyd 223; in Aluminiumsilicaten 71; im Boden 395; im Serum 38; Einfluß von Anionen auf die flammenphotometrische Bestimmung in biologischem Material 305
Kaliumchlorid, Bestimmung in Gemischen mit elektrischer Leitfähigkeit 116

Kaliumoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Kaliumsalze, Bestimmung von Natrium 391
Karathan, Nachweis 178
Karl-Fischer-Methode zur Wasserbestimmung 204
Karl-Fischer-Reagens zur Bestimmung von kleinen Wassermengen in basischen Aminen 203
Karl-Fischer-Titration, Bericht über die Ausführung und die Herstellung der Karl-Fischer-Lösung 373; Verwendung zur Wasserbestimmung 203
Karlsteinit, Bestimmung von Uran 406
Kartoffeln, Bestimmung von Metasystoxresten 78
Katalysatoren, Bestimmung von Ni neben NiO 70
Kathode, Messung der Temperaturdifferenz zur Anode während der Elektrolyse 367
Kationen, Abtrennung des Berylliums von mehrwertigen Kationen 281
Kernspaltprodukte, Bestimmung von radioaktivem Caesium 117
Kesselwasser, Bestimmung des Gesamtsalzgehaltes 68
Ketocarbonsäuren, Bestimmung 157
Ketone, gaschromatographische Untersuchung 41, 42; gaschromatographische Abtrennung 364; Bestimmung von Sauerstoff-18 210
Ketonische Stoffe, Bestimmung in Chloramphenicol 233
Ketosteroide, Unterscheidung von Δ^4-3-Ketosteroiden und $\Delta^{1,4}$-3-Ketosteroiden 316
Kieselsäure, Bestimmung in Aluminiumsilicaten 71
Knallgasflammen, Volumen-, Temperatur- und Intensitätsmessungen 334
Knochenaschen, Bestimmung von Calcium und Strontium 306
Kobalt, Extraktion des Dithiocarbamidates 18; Bestimmung 222; kleiner Mengen 288; Bestimmung als Tellurit 264; indirekte Bestimmung mit Hilfe von 4-Hydroxybenzthiazol 369; Spurenbestimmung in metallischem Natrium 382; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; in Aluminium-, Aluminium-Silicium- und Eisensiliciumlegierungen 385; in radioaktiven Präparaten 50; in Wolframiten 221; im Boden 224; mit β-Nitroso-α-naphthol in landwirtschaftlichen Produkten 73; Einfluß auf die Bestimmung von Aluminium in Thoriumoxyd 451; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Phosphor in Kobalt 454
Kobalt-60, Bestimmung mit Scintillations-γ-spektrometer 370
Kobaltrhodanid, Extrahierbarkeit 201
Kobalttellurit, Studien durch Konduktometrie und Studien des p_H-Wertes 260
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Aceton 307; von Glucose 156
Kohl, Bestimmung von Metasystoxresten 78
Kohlen, Bestimmung der Feuchtigkeit in Stein- und Braunkohle 227; Untersuchung mineralischer Substanzen 397
Kohlenasche, Bestimmung von Uran 407
Kohlendioxyd, Nachweis in der Luft 378; Bestimmung in Gasblasen von Spiegelglas 396
Kohlendioxyddruck, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 146
Kohlenhydrate, Molisch-Reaktion 441
Kohlenhydratkomponente, Bestimmung in Glykolipoiden 314
Kohlenmonoxyd, Nachweis in der Luft 378; Bestimmung in Wasserstoff 81; im Oxydationsgemisch von Äthylen 397
Kohlenstoff, Bestimmung in organischen Verbindungen 140
Kohlenwasserstoffe, gaschromatographische Untersuchung 41; gaschromatographische Trennung an Capillarsäulen mit Argondetektor 365; Trennung der C_2-C_5-Kohlenwasserstoffe durch Gas-flüssig-Chromatographie 433; spektralphotometrische Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen 436; chromatographische Trennung mehrkerniger aromatischer Kohlenwasserstoffe auf acetyliertem Papier 216; Bestimmung polycyclischer cancerogener Kohlenwasserstoffe 158; Kennzeichnung von Kohlenwasserstoff-Wachsen 227; Nachweis in der Luft 378; Bestimmung in den Auspuffgasen von Kraftfahrzeugen 377; in Tabakrauch sowie in sonstigen Verbrennungs- und Pyrolyseprodukten 436; Abtrennung der gesättigten Kohlenwasserstoffe aus Petroleumrückständen 398; Bestimmung chlorierter Kohlenwasserstoffe aus Pflanzenschutzmittelrückständen 229;

Eichung eines Betastrahlenmeßinstrumentes zur Bestimmung von Wasserstoff in Kohlenwasserstoffen 370; Bestimmung von Schwefel in nichtolefinischen Kohlenwasserstoffen 456
Kohlenwasserstoff-Wachse, Kennzeichnung 227
Koksofengase, Bestimmung von Schwefelwasserstoff 66
Komplexometrie, Überblick über die Fortschritte 51; Verwendung und Technik 202
Kongorot, Säure-Base-Indicator 208
Konstitutionsaufklärung mit Massenspektrometer 52
Kontaktgase, chromathermographische Analyse 66
Korrosionsschutzwirkung, Bestimmung von Schmierölen 228
Kraftfahrzeuge, Bestimmung des Kohlenwasserstoffanteiles in den Auspuffgasen 377
Kreatin, Bestimmung 153
Kreatinin, Bestimmung 153
Kresole, Farbreaktionen 244
o-Kresolphthalein, Säure-Base-Indicator 208
o-Kresolrot, Säure-Base-Indicator 208
Kristalle, Identifizierung an den Profilwinkeln der Kristalle 362
Kristalline Phasen, Bestimmung durch Röntgenstrukturuntersuchung 38
Kristallphosphore zur Lumineszenzmikroanalyse 370; Kristallphosphor mit Calciumoxyd zum Nachweis von Antimon 370; aus $K_4[Fe(CN)_6]$ und Sb, Bildung 371
Kristallviolett, zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366; Säure-Base-Indicator 208
Krypton-85, radiometrische Bestimmung 115
Kugellagerlegierungen auf Bleibasis, Abtrennung von Cu von Sn und Sb 68
Kulturlösungen, Bestimmung von Phenoxymethylpenicillin und Phenoxyessigsäure 233
Kupfer, Extraktion des Dithiocarbamidates 12; Farbreaktion und R_f-Wert 161; Nachweis auf Papierchromatogrammen 59; Bestimmung 202, 222; kleiner Mengen 288; Bestimmung durch innere Elektrolyse 118; Polarogramm 281; radiometrische Titration mit ÄDTA 274; reduktometrische Bestimmung mit Hydrochinon 321; Trenung von Zinn und Antimon mit Ionenaustauschern 68; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; in Calcium 385; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Aluminium-, Aluminium-Silicium- und Eisen-Silicium-Legierungen 385; in Aluminiumbronzen 325; in Uranoxyd 393; in Akkumulatoren 47; in Eisen-Cadmiummassen 47; in hochlegierten Stählen mit Ni- und Co-Gehalten 391; Analyse der Filme, die durch anodische oder trockene Oxydation auf Kupfer gebildet werden 219; Bestimmung in radioaktiven Präparaten 50; in Kupferlinoleat 75; im Boden 224, 395; in Blut und Tomaten 146; Einfluß auf die Chloridbestimmung in Wasser 381; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Thallium neben Kupfer 129; von Blei in Rohkupfer 382; von Phosphor 454; von Sauerstoff 382
Kupfer(II), indirekte Bestimmung mit 4-Hydroxybenzthiazol 369
Kupferbeimengungen, Bestimmung in Germanium durch Aktivierungsanalyse 386
Kupferchelat des 8-Hydroxychinolins, UV-Absorptionsspektrum 281
Kupferlinoleat, Bestimmung von Kupfer 75
Kupfer(II)-oxyd als Urtitersubstanz in der Jodometrie 205
Kupfersulfat, Reaktion mit $K_4Fe(CN)_6$ 281

Laboratorium, Handhabung von Perchlorsäure im Laboratorium 205
Lacmoid, Säure-Base-Indicator 208
Lactame, Reaktion mit salpetriger Säure 302
Landwirtschaftliche Produkte, Bestimmung von Kobalt mit β-Nitroso-α-naphthol 73
Lanthan, flammenphotometrische Bestimmung 125; R_f-Wert 285; Bestimmung mit Carminsäure als Indicator 125; Bestimmung in Cer 284
Lebensmittel, Bestimmung des Antipellagra-Vitamins 445; Bestimmung von Naturstoffen, die zum Färben verwendet werden 447; siehe auch Nahrungsmittel
Lebensmittelfarbstoffe, Bestimmung durch Mikroelektrophorese 64
Leber, Isolierung basischer Arzneistoffe 399

Leberfunktionsprobe, mit der Sedimentationsanalyse 202
Legierungen, Bestimmung von Aluminium in hochwarmfesten Legierungen 220; Nachweis von Antimon mit Hilfe eines Kristallphosphors mit Hexacyanoferrat(II) 371; Bestimmung von Wismut 69
Leucin, Bestimmung 310, 425, 427
D,L-Leucin, Abtrennung 153
Lichtabsorption, Änderung in Lösungen von symmetrischem Trinitrobenzol 207
Lipoproteine, papierelektrophoretische Bestimmung 313; elektrophoretische Bestimmung in Humanserum 314; Bestimmung im Blutserum durch Papierelektrophorese 155
Lithium, flammenphotometrische Bestimmung von Spuren 116; Abtrennung durch Ionenaustausch 280; Bestimmung von Spuren in metallischem Calcium 68; Bestimmung in Wolfram-Metallpulver 388
Lithium-aluminium-di-n-butylamid zur Bestimmung von Hydroxylgruppen 432
Lithiumchlorid, Bestimmung in Gemischen durch elektrische Leitfähigkeit 116
Lösungen, Bestimmung spurenweiser Verunreinigungen 39; Bestimmung von Cocarboxylase in reinen Lösungen 160
Lösungsmittel, Extraktion von Diäthylammoniumdiäthyldithiocarbamidat mit organischen Lösungsmitteln 1
Lösungsmittelfront, Kennzeichnung der papierchromatographischen Lösungsmittelfront mit Farbstoffen 366
Lokalanaesthetica, papierchromatographische Auftrennung 239
Lokalanalyse, einfaches Verfahren der spektrochemischen Lokalanalyse 326
Lophin, Verwendung als Indicator 208
Lucigenin, Verwendung als Indicator 208
Luft, Bestimmung in Oxydationsprodukten von Äthylen 397; Bestimmung der gasförmigen Verunreinigungen 376; Nachweis schädlicher Gase und Dämpfe in der Luft von Bergbau und Industrie 378; Rektifizierung und Trennung der Edelgasfraktionen 65; Nachweis von Kalium in Partikeln 65; Bestimmung von Ammoniak 375; von Stickoxyden 291; von Fluormonoxyd 65; der Verbrennungsprodukte von n-Hexan in der „kühlen Flamme“ 66; von Acetylen 376; von Blausäure 443; Erkennung von Carbonsäuren und Aldehyden in der benzollöslichen Fraktion des Staubes aus der Luft 376
Luftabgabevermögen, Bestimmung von Schmierölen 228
Luminescenzanalyse mit Hilfe von Kristallphosphoren 370
Luminol, Verwendung als Indicator 208
Lutetium, spektrographische Bestimmung 124
Lutetiumoxalat, thermische Zersetzung 124
Lutetiumoxyd, spektographische Untersuchung 124
Lutidin, Nachweis 237
Lysin, Bestimmung 151, 310, 427; neben Arginin und Histidin 311

Magdalarot als Fluorescenzindicator bei Fällungstitrationen 208
Magnesium, Bestimmung 120, 352, 355; Bestimmung neben anderen Metallen 349; in Gegenwart großer Zinkmengen 120; Abtrennung 367; Bestimmung in Wasser 379; in reinstem Be oder BeO 384; in Wolfram-Metallpulver 388; in Roheisen 390; in Gußeisen 390; in Dolomiten 222; in Aluminiumsilicaten 71; in schwefelsaurer Kalimagnesia 223; von Spuren in Natriumchlorid 72; Bestimmung in pflanzlichen Substanzen 396; in biologischen Lösungen und Suspensionen 144; im Blut 145; in Blut und Cerebrospinalflüssigkeit 145; Einfluß auf die Chloridbestimmung in Wasser 381; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Mikrobestimmung von Calcium neben Magnesium 121; Bestimmung von Phosphor 454
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Aluminium 123
Magnesiumoxyd, Bestimmung in Silicaten 455; in Mineralen und Kohlen 397
Magneson-2, zur Bestimmung von Magnesium in Roheisen 390
Malachitgrün zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366
Malathion, Nachweis 178; Bestimmung 80
Maleinsäure, Bestimmung 98
Mammacarcinome, Bestimmung der Oestradiolausscheidung 158
Mangan, Extraktion des Dithiocarbamidates 18; Bestimmung 353, 355; klei-

ner Mengen 288; spektralphotometrische Schnellbestimmung 296; Bestimmung durch innere Elektrolyse 118; Bestimmung neben anderen Metallen 349; Bestimmung in reinstem Be und BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Erzen, Stählen und anderen Proben 455; in Dolomiten 222; im Boden 224, 395; in Uranoxyd 393; Einfluß auf die Bestimmung von Aluminium in Thoriumoxyd 451; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Titan 389; von Phosphor 454
Mangan(II), Bestimmung mit Metomega Chrome Cyanin BLL als Indicator 209
Manganat, Anwendung in der quantitativen Analyse 360; Reduktion mit Arsen(III) 21; mit Tellur(IV) 87
Manganatlösungen als Oxydationsmittel 21, 87
Manganerze, Bestimmung von Mangan 456
Manganoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Marfanil, Bestimmung 231
Maßanalyse, Genauigkeit 371
Massenspektrometer, zur Analyse hochmolekularer organischer Verbindungen 141
Massenspektrometrie, zur Konstitutionsaufklärung 52; nach der gaschromatographischen Trennung zur Bestimmung der Pyrolyseprodukte des Chlorodifluoromethans 365
Mehl, Bestimmung von Protein 441
Melasse, Verwendung von Chemilumineszenzindicatoren 209
Meprobamat, Bestimmung im Urin 151
Messing, Bestimmung von Ni, Zn und Al 383
Metalle, Mikrobestimmung mit Omega Chrome Fast Blue 2 G 347; Bestimmung von Phosphorspuren 453
Metallelektroden bei der spektralanalytischen Bestimmung von Spurenverunreinigungen in Lösungen 39
Metallgifte, Bestimmung und forensische Eigenschaften 161
Metallindicatoren, Verwendung von Metomega Chrome Cyanin BLL 209
Metasystox, Bestimmung von Resten in Kartoffeln, Salat, Kohl und Rosenkohl 78
Methan, gaschromatographische Bestimmung 41; Nachweis in der Luft 378
Methanol, gaschromatographische Bestimmung 41; Bestimmung in der Luft 66
Methionin, Bestimmung 151, 310, 427
D,L-Methionin, Abtrennung 153
Methyläthylketon, Bestimmung in der Luft 66
Methylbenzole, gaschromatographische Untersuchung 42
Methylboratlösungen, Bestimmung von Borsäure 283
Methylbromid, Nachweis in der Luft 378
Methylharnstoffe, Bestimmung von Mono- und Dimethylharnstoff nebeneinander 144
Methylmethacrylat-Styrolcopolymere, Bestimmung von Styrol 77
Methylorange, Säure-Base-Indicator 208
Methylparaffine, gaschromatographische Untersuchung 42
Methylparathion, Nachweis 178; Bestimmung 80
Methylphenole, Bestimmung 217
α-(2-Methyl-phenoxy)-propionsäure, Bestimmung von α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure 215
Methylresorcin, Farbreaktion 245
Methylrot, Säure-Base-Indicator 208
Methylsalicylat, acidimetrische und photometrische Untersuchung 230
Methylthymolblau, Verwendung in der Chelatometrie 51
Methylvinylketon, Bestimmung in der Luft 66
Metomega Chrome Cyanin BLL, Anwendung als Metallindicator 209
Mikroanalyse, Verwendung von ÄDTA 202; Arbeiten mit Hilfe von Kristallphosphoren bei der Luminescenzanalyse 370
Mikroorganismen, Bestimmung von gelöstem Sauerstoff und der Atmungsintensität 148
Mikroskopie zur Kontrolle und Prüfung von Schmierfetten 228
Milchsäure, Bestimmung durch Oxydation 433
Minerale, Untersuchung in Verbindung mit Kohle 397; Bestimmung von Aluminium 123; des Verhältnisses Thorium zu Uran 392
Mineralölproben, Bestimmung von Natrium neben Natriumhydrid 398
Mineralproben, Analyse unbekannter Chloritmineralproben 221
Mineralsalze, Bestimmung in Wässern 380

Mist, Bestimmung von Chlor in Stallmist 225
Molekulargewicht, Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit vom Molekulargewicht 41
Molisch-Reaktion auf Kohlenhydrate 441
Molybdän, Extraktion des Dithiocarbamidates 17; Bestimmung 222; als Rhodanidkomplex 293; elektrophoretische Bestimmung 366; Identifizierung neben Wolfram im Metallzustand 134; Bestimmung neben Eisen 294; Bestimmung in reinstem Be und BeO 384; im Stahl 70; in Wolframiten 221; in Wolfram(VI)-oxyd 294; in Uranoxyd 393; im Boden 224; Bestimmung von Phosphor in Molybdän 454
Molybdän-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Monazit, Bestimmung von Thorium 206
Monobromessigsäure, Bestimmung 447
Monobromessigsäurederivate, Bestimmung 447
Monocarbonsäuren, Bestimmung 157
Monohydroxysteroide, Bestimmung der Hydroxykomponenten 316
Monomethylharnstoff, Bestimmung neben Dimethylharnstoff 144
Morphin, Mikrobestimmung 238
Murexid, Indicator bei der Calciumbestimmung im Urin 305

Naepain, Bestimmung und Identifizierung 240
Nahrungsmittel, Bestimmung von Halogenen 441; von Blausäure 443; siehe auch Lebensmittel
Naphtha, Bestimmung von Schwefelspuren 457; Auftrennung des Paraffin- und Cycloparaffinanteiles 74
Naphthalinderivate, Bestimmung 157
Naphthaline, chromatographische Trennung substituierter Naphthaline an Ionenaustauschern 363
Naphthohydrochinone, Farbreaktionen 245
Naphthole, Farbreaktionen 244
Naphthoresorcine, Farbreaktion 245
1-Naphthylamin-trisulfonsäure, zur Bestimmung von Ruthenium 138; zur spektralphotometrischen Bestimmung von Osmium 298
Natrium, flammenphotometrische Bestimmung von Spuren 116; Bestimmung durch Extraktionstitration 117; Abtrennung durch Ionenaustausch 280; Bestimmung im Wein 440; in reinstem Be oder BeO 384; in Wolframmetall und -oxyden 452; geringer Mengen in Kaliumsalzen 391; Bestimmung in Aluminiumsilicaten 71; im Boden 395; neben Natriumhydrid in Mineralölproben 398; Einfluß von Anionen auf die flammenphotometrische Bestimmung in biologischem Material 305; auf die Chloridbestimmung in Wasser 381; Bestimmung kleiner Sauerstoffgehalte 449; von Spuren Kobalt 382
Natrium-24, Bestimmung mit Scintillations-γ-spektrometer 370
Natriumalizarinsulfonat, Verwendung zur spektralphotometrischen Bestimmung von Titan 389
Natrium-p-aminosalicylat, Bestimmung 462
Natriumarsenat, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Natriumchlorid, Bestimmung in hochmolekularen Ammoniumchloriden 435; Bestimmung von Spuren Magnesium 72
Natriumfluoroaluminat, gravimetrische Bestimmung von Aluminium 450
Natriumhydrid, Bestimmung von Natrium neben Natriumhydrid in Mineralölproben 398
Natriumlaurylsulfat, Bestimmung 399
Natriumnitrat, thermische Zersetzung 291
Natriumoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Natriumpentacyano-p-nitrosodimethylanilinferrat(II), zum Nachweis von Zink und Cadmium 283
Natriumpyrophosphat, Mikrobestimmung 57
Natriumsulfid, Bestimmung neben Thiosulfat und Sulfat 132
Naturprodukte, Bestimmung 157
Naturstoffe, Bestimmung 447
Neodym, R_f-Wert 285; Bestimmung des Verteilungskoeffizienten im System n-Tributylphosphat und Salpetersäure 32; Bestimmung in Cer 284
Neothoron, zur spektralphotometrischen Bestimmung von Indium 287
Nephelometrie, Titrationen in kleinen Lösungsvolumina 363
Neuralgen, Analyse 235
Neuraminsäure, Bestimmung in Extrakten von Gehirnfettstoffen 155
Neutralrot, Säure-Base-Indicator 208
Neutralsalze, Erniedrigung des p_H-Wertes saurer Lösungen durch Neutralsalze 373

Neutronen-Aktivierungsanalyse, Apparatur zur Analyse mit einer Radium-Beryllium-Neutronenquelle 199
Neutronenquelle, Verwendung einer Radium-Beryllium-Neutronenquelle in der Neutronen-Aktivierungsanalyse 199
Nichtwäßrige Lösungen, Verwendung von Chrom(II)-acetat als Reduktionsmittel 200
Nichtwäßriges Medium, acidimetrische Titrationen 372
Nickel, Extraktion des Dithiocarbamidates 18; Verwendung als Bimetallelektroden mit Platin 48; Bestimmung 222; kleiner Mengen 288; indirekte Bestimmung mit 4-Hydroxybenzthiazol 369; Bestimmung mit Dimethylglyoxim in Anwesenheit eines Oxydationsmittels 137; Bestimmung in Bronzen und Messing 383; in Gold-Nickellegierungen 391; in reinstem Be oder BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Aluminium-, Aluminium-Silicium- und Eisen-Silicium-Legierungen 385; in Wolfram-Metallpulver 388; im Stahl 454; in Nickelkatalysatoren 70; in Uranoxyd 393; in Wolframiten 221; in radioaktiven Präparaten 50; röntgenspektrometrische Bestimmung in Ölen 457; Einfluß auf die Bestimmung von Ca und Mg 349; auf die Aluminiumbestimmung in Thoriumoxyd 451; auf die Bestimmung von Eisen-(III) 358; Bestimmung von Phosphor 454
Nickel-Chromlegierungen, Bestimmung von Eisen, Chrom und Nickel 455
Nickel-Diacetyldioxim, Untersuchung der Oxydationsprodukte 138
Nickel-Gold-Legierungen, Bestimmung von Nickel 391
Nickeloxyd, Bestimmung von Nickel neben NiO in Nickelkatalysatoren 70
Nicotinsäure, Bestimmung in Pharmaceuticis 235
Nicotinsäureamid, Bestimmung in Pharmaceuticis 235
Nigrosin, zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366
Nilblau, Säure-Base-Indicator 208
Ninhydrin, Reaktion mit Aminosäuren 310, 311
Niob, Extraktion des Dithiocarbamidates 16; Trennung von Zirkonium 126; von Tantal 60; durch Extraktion als Tributylammonium-Niobrhodanid 105; Bestimmung neben Wolfram 388; Bestimmung in Phosphorsäurelösungen 60; im Stahl 70
Niob-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Niob-Wolfram-Siliciumlegierung, Bestimmung von Niob neben Wolfram 388
Nitrat, thermische Zersetzung von Natriumnitrat 291; elektrophoretische Bestimmung 366; Bestimmung in Wässern 380
Nitrilosulfat, Analyse des Ammoniumsalzes 132
Nitrilotriessigsäurekomplexe von Sr, Pb, Y, Bi und Th, Verhalten am Anionenaustauscher 283
Nitrit, quantitative Bestimmung 291; colorimetrische Bestimmung 55; elektrophoretische Bestimmung 366; Bestimmung in Wasser 291
Nitritlösung zur Bestimmung aromatischer Amine 48
Nitrobenzoesäuren, Bestimmung 439
p-Nitrobenzol-azo-α-naphthol, zur Bestimmung von Magnesium in Roheisen 390
Nitrochlorbenzol, Bestimmung der Isomeren nebeneinander 437
Nitrofurantoin, Bestimmung im Harn 154
N-(5-Nitro-2-furfuryliden)-1-aminohydantoin, Bestimmung im Harn 154
Nitron zur heterometrischen Bestimmung von Gold, Platin und Palladium 119; zur heterometrischen Palladiumbestimmung in rhodanidhaltiger Lösung 297
Nitrose Gase, Nachweis in der Luft 378
β-Nitroso-α-naphthol zur Bestimmung von Kobalt in landwirtschaftlichen Produkten 73
Nitrothymolgelb, Säure-Base-Indicator 208
Nitroverbindungen, coulometrische Reduktion von 18 Nitroverbindungen 212
Normalparaffin, Bestimmung in Naphtha 74
Nucleotide, Trennung 364

Obst, Bestimmung von Phenkaptone-Rückständen 448
Obstsäfte, Verwendung von Chemilumineszenzindicatoren zur Untersuchung 209
Öl, (Sesamöl) Bestimmung von Testosterin-cyclopentylpropionat und Testosteron in Sesamöl 319; (Mineral-

öle), Stand der Prüfung von Schmierölen 228; massenspektrometrische Analyse mittelviscoser Schmieröle 74; röntgenspektrometrische Nickelbestimmung 457; Bestimmung von p,p'-Dioctyldiphenylamin in hydraulischen Ölen 398
Oestradiol, Bestimmung im Harn 158, 317
Oestriol, Bestimmung im Harn 159, 317
Oestrogene, Bestimmung der Hydroxykomponenten 316; Bestimmung in Harnextrakten 158
Oestron, Bestimmung im Harn 158, 317
α-Olefine, gaschromatographische Untersuchung 42
Omega Chrome Fast Blue 2 G, Verwendung zur Mikrobestimmung von Metallen 347
Opiumalkaloide, Mikrobestimmung 238
Orchille, R_f-Wert 447
Orcin, Farbreaktion 245
Organische Basen, Nachweis mit Platinbromwasserstoffsäure 236
Organische Elementaranalyse durch nasse Oxydation 299
Organische Säuren, analytische Anwendungen 356; Trennbedingungen bei Elektrophorese und Chromatographie 434
Organische Verbindungen, Verhalten an Austauschern 436; Oxydation mit Vanadin(V)-salzlösungen 433; Analyse 211; Mikroskopische Analyse organischer Hydroxyverbindungen 142; massenspektrometrische Analyse hochmolekularer organischer Verbindungen 141; Bestimmung in mineralischen Böden und Tonen 73; Bestimmung von Deuterium in Stoffen, die 100 Atomprozent Deuterium enthalten 300; von Zink 54; von B, C und H 140; von Bor 140; von Zinn 54; von Stickstoff nach KJELDAHL 140; von Ammonium- und Eiweißstickstoff 141; von Sauerstoff 303; von ^{18}O in Aldehyden, Ketonen, Säuren und Amiden 210; von Schwefel 210; Nachweis und Identifizierung von Halogenen 303; Bestimmung von Halogenen in stickstoff- und schwefelhaltigen organischen Substanzen 304
Ornithin, Bestimmung 310
Orthophosphat, Bestimmung neben Phosphorsäureestern in biologischen Substanzen 147
Orthophosphorsäure, jodometrische und acidimetrische Bestimmung 229
Osmium, Extraktion des Dithiocarbamidates 19; spektralphotometrische Bestimmung 298
Oxalate Seltener Erden, thermische Zersetzung 124
Oxalsäure, amperometrische Bestimmung 47
Oxydation, nasse Oxydation in der organischen Elementaranalyse 299
Oxydische Produkte, Bestimmung von Schwefel 395

Palladium, Extraktion des Dithiocarbamidates 19; mikroheterometrische Bestimmung mit Nitron in rhodanidhaltiger Lösung 297; Trennung von Gold oder Platin 119; Einfluß auf die Goldbestimmung mit Nitron 119; auf die Bestimmung von Platin 119
Palladium(IV), Bestimmung mit Nitron 119
Pantocain, Abtrennung 239
Papaveraldin, Abtrennung von Papaverin 238
Papaverin, Mikrobestimmung 238; Abtrennung von seinen Oxydationsprodukten 238
Papaverinol, Abtrennung von Papaverin 238
Papier, photometrische Auswertung von Farbreaktionen auf Papier 423; Bestimmung von Quecksilber 307; kleiner Chloridmengen 69
Papierchromatographie, Beitrag zur Theorie 365; Extinktionsverlauf papierchromatographischer Flecken 43; Eignung von Farbstoffen zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366; Proportionalitätszählrohr zur Auswertung von Radio-Papierchromatogrammen 366; Anwendung zur Bestimmung und forensischen Untersuchung von Metallgiften 161
Papierelektropherogramme, Auswertung durch Remissionsmessungen 43
Papierelektrophorese, Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und Trennungsschärfe 43; Registrierung des Extinktionsverlaufes von Zonen auf Elektropherogrammen 43; Verwendung zur Trennung anorganischer Ionen 366; Apparatur zur kontinuierlichen papierelektrophoretischen Trennung von Stoffen 44
Pappe, Bestimmung kleiner Chloridmengen 69

Paraffin, Auftrennung des Paraffinanteiles von Naphtha in Normal-, Iso- und Cycloparaffin 74
n-Paraffine, gaschromatographische Untersuchung 42
Paramethylaminophenolsulfat zur Bestimmung von Orthophosphat neben Phosphorsäureestern 147
Parathion, Nachweis 178; Extraktion und Identifizierung im Salat 79; Bestimmung 80
Patentblau, papierchromatographische Bestimmung 460
Pech, Bestimmung von Chlorid 134
Penicillin, Bestimmung 233
Pentathionat, Abtrennung 133
Pentosen, Bestimmung in Sulfitablaugen 76
Peptidgemische, Trennung von Proteingemischen 462
Percain, Abtrennung 239
Perchlorat, Bestimmung 135; colorimetrische Bestimmung 135; elektrophoretische Bestimmung 366
Perchlorsäure, Eigenschaften und Handhabung im Laboratorium 205; Titration neben Essigsäure 45; Bestimmung von Sulfanilamid in Perchlorsäure 48
Perchlorsäure-Äthanol-Wasserlösungen, Bestimmung der Alkoholtension 204
Perjodationen, Bestimmung neben anderen Oxydationsmitteln 256; in Anwesenheit von Jodat 135
Perjodsäure zur Bestimmung von Ce, Th, Zr, Tl und Sb 285
Permanganat, zu Oxydationsreaktionen in Gegenwart von Fluorid 94, 162; zur Bestimmung von Zirkonium in alkalischer Lösung 289
Peroxydisulfat, Abtrennung 133
Perruthenat bei der Bestimmung von Ruthenium 138
Persulfat, elektrophoretische Bestimmung 366
Perylen, Bestimmung 158
Petroleumrückstände, Abtrennung der gesättigten Kohlenwasserstoffe 398
Pflanzen, Bestimmung von Magnesium 396; von Schwefel 224
Pflanzenaschen, Bestimmung von Calcium 380
Pflanzensamen, Bestimmung von Quecksilber 307
Pflanzenschutzmittel, Bestimmung chlorierter Kohlenwasserstoffe aus Rückständen von Pflanzenschutzmitteln 229; Bestimmung der Isomeren von N,N-Diäthyltoluylamid 78
Pflanzenschutzwirkstoffe, Nachweis in Mischungen miteinander 175
p_H-Wert, Erniedrigung des p_H-Wertes saurer Lösungen durch Neutralsalze 373
Pharmaceutica, Titration von Ephedrinhydrochlorid in nichtwäßrigem Medium 237; von Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 235
Pharmazeutische Präparate, Bestimmung von Diäthylstilboestrol 318
Pharmazeutische Zubereitungen, Bestimmung von Chloroform 461; von Amidopyrin und Vercpyrin 234; von Opiumalkaloiden 238
Phasengrenzindicator, Bariumrhodizonat bei der Sulfattitrationen 293
1,10-Phenanthrolin, Komplexbildung von Derivaten mit zweiwertigem Eisen 136
Phenkaptone, Bestimmung von Rückständen auf Obst und Gemüse 448
Phenolartige Verbindungen, Bestimmung in Traubenbestandteilen, Wein und weinähnlichen Getränken 63
Phenolderivate, Identifizierung und Trennung 156
Phenole, Reaktionen von Phenolen des Resorcintypus mit Furfurol 241; Nachweis und Bestimmung 217; gaschromatographische Trennung einwertiger Phenole 216; hohe Alkoxylwerte bei Anwesenheit tertiärer Butylgruppen 437
Phenolphthalein, Säure-Base-Indicator 208
Phenolphthaleinderivate, Identifizierung 440
Phenolrot, Säure-Base-Indicator 208
Phenothiazine, Oxydation von Beruhigungsmitteln aus der Klasse der Phenothiazine 232
Phenoxyessigsäure, Bestimmung 233
Phenoxymethylpenicillin, Bestimmung 233
Phenylacetaldehyd, Abtrennung 439
Phenylacetylcarbinol, Bestimmung 143
Phenylalanin, Bestimmung 310, 427
D,L-Phenylalanin, Abtrennung 153
n-Phenylanthranilsäure, Indicator bei Oxydationen mit Vanadin(V)-salzlösungen 433
1-Phenyl-2,3-dimethyl-4-dimethylamino-5-pyrazolon, Bestimmung neben Butazolidin 234
Phenylhydrazin, Bestimmung 437
Phenyloborat, zur Titration von Kalium 117
Phloroglucin, Farbreaktionen 245

Phosdrin, Bestimmung 80
Phosgen, Nachweis in der Luft 378
Phosphat, elektrophoretische Bestimmung 366; potentiometrische Titration von Phosphationen 292
Phosphate, Bestimmung anorganischer Phosphate in Gegenwart von Glucose-1-phosphat und Adenosintriphosphat 463; Bestimmung von Uran 407
Phosphor, Bestimmung 222; durch nasse Veraschung 300; Bestimmung in Eluaten der Säulenchromatographie 291; gleichzeitige Schnellbestimmung mit Halogenen 302; Bestimmung von Spuren in Wolfram und anderen Metallen 453; in Uranoxyd 393; in Wolframiten 221; in textilen Gewebeproben 75; im Serum 38
Phosphorinsecticide, Analyse durch Cholinesterase-Hemm-Methode 80
Phosphorsäure, zur Bestimmung von Eisen(III) in wäßrig-alkoholischem Medium 428; Verwendung von Ascorbinsäure als Reduktionsmittel bei der Phosphorsäurebestimmung 57; acidimetrische und jodometrische Bestimmung von Orthophosphorsäure 292; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Phosphorsäureester, Trennbedingungen bei Elektrophorese und Papierchromatographie 434; Bestimmung von Orthophosphat neben Phosphorsäureestern in biologischen Substanzen 147
Phosphorsäurefraktionen, Trennung in der Rinderretina 147
Phosphorsäurelösungen, Bestimmung von Niob 60
Phosphorstickstoffsäuren, Bestimmung 57
Photometer zu Mikrobestimmungen in kleinen Lösungsvolumina 363
Photometrie, Titrationen in kleinen Lösungsvolumina 363
Phthalazol, Bestimmung 231
Phthalylsulfathiazol, Bestimmung 231
Physiologische Substanzen, Bestimmung von Barbitursäurederivaten 309
Phytinsäure, Bestimmung von Spaltprodukten in Sämereien, Getreideprodukten und Weizenmaische 226
α-Picolin, Nachweis 237
Pigmente, Identifizierung von Anstrichpigmenten 396
Pilze, Identifizierung von Psilocin in mexikanischen Rauschpilzen 236
Pinosytoin, Bestimmung 157
Piperazin, Nachweis 237
Piperocain, Bestimmung und Identifizierung 240
Plasma, Bestimmung von Fibrinogen in Blutplasma 462
Platin, Extraktion des Dithiocarbamidates 19; Verwendung von Bimetallelektroden mit verschiedenen anderen Metallen 48; Bestimmung mit Nitron 119; Bestimmung in Gegenwart von Palladium 119; Trennung von Gold oder Palladium 119; Einfluß auf die Goldbestimmung mit Nitron 119
Platinbromwasserstoffsäure, Reagens auf organische Basen und Alkaloide 236
Platinelektroden, Anwendung rotierender Platinelektroden in der Polarographie 45; stationäre Platinelektrode zur voltammetrischen Bestimmung von Rhodanid 52
Plutonium-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Polarograph zur potentiometrischen p_H-Bestimmung 369
Polarographie, Verbesserung der Meßtechnik in der derivativen Polarographie 47; Arbeitsweise mit dem Wechselstrom-Brücken-Polarographen 46; Anwendung rotierender Platinelektroden 45; differentielle Polarographie zur Registrierung von Konzentrationsänderungen im Eluat chromatographischer Säulen 46; Verwendung zur Untersuchung von Gasen 368; direkte Polarographie von Extrakten 47
Polyäthylen, stationäre Phase in der Gaschromatographie 41; Bestimmung von Al und Ti 76
Polyäthylenglykol, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364; Bestimmung der Hydroxylkonzentration 459
Polybutadiene, Bestimmung der Doppelbindungen 434
Polycarbonsäuren, Bestimmung aromatischer Polycarbonsäuren 157
Polynucleotide, Trennung 364
Polyoxymethylen, Bestimmung von Wasser 203
Polyphenole, Bestimmung 157; Identifizierung aus dem Teeblatt 443
Polyphenyl-Teer, Verwendung als stationäre Phase in der Gaschromatographie 41
Potentiometrie, Endpunktsermittlung der potentiometrischen Titrationen 44; Bimetallelektroden in der Argentometrie 48; Bestimmung von p_H-

Werten mit einem Polarographen 369
Präalbumin, Bestimmung des tryptophanreichen Serumpräalbumins 155
Praseodym, R_f-Wert 285; Bestimmung des Verteilungskoeffizienten im System n-Tributylphosphat und Salpetersäure 32; Bestimmung in Cer 284
Prednisolon, Bestimmung 318
Prednison, Bestimmung 318
Procain, Bestimmung und Identifizierung 240; Abtrennung 239
Prolin, Bestimmung 151, 310
L-Prolin, Abtrennung 153
Promethium, Bestimmung von Spaltprodukten in Seewasser 67
Propan, Nachweis in der Luft 378
Propandiol-1,3, Bestimmung durch Oxydation 433
Propionaldehyd, Bestimmung in der Luft 66
Proportionalitätszählrohr, zur Auswertung von Radio-Papierchromatogrammen 366
Propylenoxyd, Bestimmung in der Luft 66
Protactinium, Trennung von Zirkonium 126
Protactinium(V), papierelektrophoretische Untersuchung 126
Proteine, Bestimmung in Weizen und Mehlproben 441; papierelektrophoretische Trennung im Serum 156; Mikrobestimmung von Amidstickstoff 313
Proteinfehler zur Bestimmung kleinster Eiweißmengen 155
Proteingemische, Trennung von Peptidgemischen 462
Proteinhydrolysate, Bestimmung der Aminosäuren 152
Prothrombin, Bestimmung mit Thromboplastin in hämolysiertem Blut 464
Protocatechusäure, Bestimmung 63
Psilocin, Identifizierung 236
Psilocybe, Bestimmung von Psilocin 236
Pufferlösungen, für die UV-Spektrophotometrie 198
Pulpe, Bestimmung von Quecksilber 307
Pulverförmige Stoffe, spektralanalytische Bestimmung 363
Pyrabutol, Untersuchung 234
Pyramidon, Komplexsalze mit Tetrabromothalliumsäure 129; Bestimmung mit Wismut 59
Pyrazinamid, Bestimmung im Urin 159
Pyrazincarbonsäureamid, Bestimmung 236
Pyridin, Nachweis 237
Pyridoxal, Farbreaktion mit Schwefelsäure 445
Pyridoxal-5-phosphat, spektralphotometrische Bestimmung 153
Pyrogallol, zur Bestimmung von Tantal 62; Farbreaktionen 246
Pyrolyseprodukte, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 436
Pyrophosphat, Mikrobestimmung 57
Pyrosulfat, Abtrennung 133
Pyrosulfit, Bestimmung 131

Qualitative chemische Analyse (Autenrieth-Rosenmund) 362 [L]
Quarz, Vermeidung von Fehlern bei der Bestimmung in Erzstaub 455
Quecksilber, Farbreaktion und R_f-Wert 161; Extraktion des Dithiocarbamidates 13; Nachweis auf Papierchromatogrammen 59; Bestimmung kleiner Mengen 288; Nachweis in der Luft 378; Bestimmung kleinster Mengen im Urin 306; Einfluß auf die Tellurbestimmung mit Permanganat 97
Quecksilber(II), hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 370; Bestimmung mit Diphenylcarbazon 123; indirekte Bestimmung mit 4-Hydroxybenzthiazol 369
Quecksilberionen, amperometrische Bestimmung 47
Quecksilberjodid, Extrahierbarkeit 201
Quecksilber(II)-salze, Einfluß dissoziierender Quecksilber(II)-salze auf die Bestimmung von Maleinsäure und Fumarsäure 101
Quercetin, Bestimmung 157

Radioaktive Präparate, Bestimmung inaktiver Elemente 50
Radio-Papierchromatogramme, Proportionalitätszählrohr zur Auswertung 366
Radium-Beryllium-Neutronenquelle, Verwendung in der Neutronen-Aktivierungsanalyse 199
Rahm, butyrometrische Fettbestimmung 442
Ratanjetwurzel, Verwendung des braunen Extraktes als Indicator für acidimetrische Titrationen 207
Rauschpilze, Identifizierung von Psilocin in mexikanischen Rauschpilzen 236
Rauwolfia-Alkaloide, Auftrennung 239
Reaktionen, Calorimeter zur Messung der Wärmetönung langsam verlaufender Reaktionen 209

Reaktorbrennstoffe, Möglichkeiten des Lösens 452
Redoxindicator, Brucin in der Dichromatmaßanalyse 28
Reduktionsmittel, Verwendung von Chrom(II)-acetat in nichtwäßriger Lösung 200
Reinigungsmittel, flammenphotometrische Bestimmung des Sulfatgehaltes 228
Remissionsmessungen, zur Auswertung von Papierelektropherogrammen 43
Reproduzierbarkeit der Papierelektrophorese 43
Resorcin, zur spektralphotometrischen Bestimmung von Uran 127; zum Nachweis von Hyponitriten 56; Farbreaktion 245; Reaktion von Phenolen mit Resorcintypus mit Furfurol 241
Retina, Trennung der Phosphorsäurefraktionen in der Rinderretina 147
Rhodamine, zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366
Rhodanid, zur Bestimmung von Molybdän 293; Bestimmung von Palladium mit Nitron in Rhodanidlösung 297; elektrophoretische Bestimmung 366; coulometrische Bestimmung 52; voltammetrische Bestimmung an der stationären Platinelektrode 52; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 370
Rhodium, Extraktion des Dithiocarbamidates 18; Bestimmung neben Iridium 139
Rhodol, zur Bestimmung von Orthophosphat neben Phosphorsäureestern 147
Riboflavin, chemische Bestimmung 444
Rinderblut, Bestimmung von Fettsäuren 308
Rinderretina, Trennung der Phosphorsäurefraktionen 147
Rocu, R_f-Wert 447
Röntgenfluorescenzanalyse, Grundlagen und Instrumentation 38
Röntgenstrukturuntersuchung zur Identifizierung kristalliner Phasen in der chemischen Analyse 38
Roheisen, Bestimmung von Magnesium 390
Rohkupfer, Bestimmung von Blei 382
Rosenkohl, Bestimmung von Metasystoxresten 78
Rostfreie Stähle, Möglichkeiten des Lösens 452
Rotwein, Verwendung von Chemilumineszenzindicatoren zur Untersuchung 209
Rovenal, Analyse 235
Rubeanwasserstoffsäure, zur Simultanbestimmung von Spuren Co, Ni, Cu in verschiedenen Legierungen 385
Rückflußverhältnis, Destillationsvorrichtung für Halbmikromengen mit einstellbarem Rückflußverhältnis 374
Ruthenium, Extraktion des Dithiocarbamidates 18; spektralphotometrische Bestimmung 138; Bestimmung als Perruthenat 138
Ruthenium-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Rutin, Bestimmung 446

Sämereien, Prüfung des Vorkommens von Spaltprodukten der Phytinsäure 226
Säulenchromatographie, Anwendung der differentiellen Polarographie zur Registrierung von Konzentrationsschwankungen in chromatographischen Säulen 46
Säure-Base-Indicatoren, Spektren von dreißig Säure-Base-Indicatoren in verschiedenen p_H-Werten 208
Säuregrün J, Bestimmung 460
Säuren, papierchromatographische Trennung halogenierter Säuren 435; potentiometrische Kontrolle und Auftrennung an Ionenaustauscherkolonnen 198; Titrationen in nichtwäßrigem Medium 372; Bestimmung von Sauerstoff-18 210; von elementarem Schwefel in schwefelhaltigen Säuren 395, siehe auch organische Säuren
Salat, Bestimmung von Metasystoxresten 78; Extraktion und Identifizierung von Parathion und Diazinon 79
Salicylamid, photometrische und acidimetrische Untersuchung 230
Salicylfluoron, zur Bestimmung von Sulfat und Thorium 131
Salicylsäure, Analyse 235; Bestimmung in biologischem Material 158
Salicylsäurederivate, photometrische und acidimetrische Untersuchung 230
Salicylsäuremethylnormalester, acidimetrische und photometrische Untersuchung 230
Salicylsäurephenylester, photometrische und acidimetrische Untersuchung 230
Salpetersäure, Bestimmung der Verteilungskoeffizienten von Praseodym und Neodym im System n-Tributylphosphat und Salpetersäure 32

Salpetrige Säure, Reaktion mit Lactamen 302
Salze, Bestimmung von Feuchtigkeit 227
Salze schwefelhaltiger Säuren, Bestimmung von Schwefel 395
Salzgehalt, Bestimmung in Kesselwasser durch Leitfähigkeitsmessung 68
Samarium, spektrographische Bestimmung 124; R_f-Wert 285
Sand, Bestimmung von Feuchtigkeit 227; von Chlorid 222
Sauerstoff, gaschromatographische Bestimmung 42; polarographische Bestimmung im Gaszustand 368; Bestimmung kleiner Gehalte in Natrium 449; Bestimmung in Kupfer 382; in organischen Substanzen 303; Elektrodensystem zur Analyse verschiedener Wässer 380; Bestimmung und Anwendung in der Brennstoffanalytik 226; in Mikroorganismen 148; des Verbrauchs bei biologischen Versuchen 149
Sauerstoff-18, Bestimmung in Aldehyden, Ketonen, Säuren und Amiden 210
Saure Lösungen, Erniedrigung des p_H-Wertes durch Neutralsalze 373
Scandium, spektrographische Bestimmung 124
Scandiumoxyd, spektrographische Untersuchung 124
Schädlingsbekämpfungsmittel, Bestimmung von Arsen in technischem Calciumarsenat 77; Nachweis von Benzolhexachlorid 78; Bestimmung von Metasystox in Kartoffeln, Salat, Kohl und Rosenkohl 78
Schaumbildung, Bestimmung von Schmierölen 228
Schimmelpilze, Bestimmung von Stoffwechselprodukten von Schimmelpilzen 157
Schmelzpunktskriterien, zur Analyse einwertiger Alkohole 142
Schmierfette, Mikroskopische Kontrolle und Prüfung 228
Schmieröle, Stand der Prüfungen 228; massenspektrometrische Analysen mittelviscoser Schmieröle 74
Schwefel, Analytik des elementaren Schwefels und einiger seiner Verbindungen 130; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 210; Bestimmung in Ferrosilicium 454; in Gesteinen und technischen Produkten 395; in Boden und Pflanzen 224; Bestimmung in nichtolefinischen Kohlenwasserstoffen 456; von Spuren in Naphtha 457; im Serum 38
Schwefel-35, Bestimmung in biologischem Material 149
Schwefeldioxyd, Bestimmung 131; polarographische Bestimmung im Gaszustand 368; Nachweis in der Luft 378, 379; Bestimmung in Gasblasen von Spiegelglas 396
Schwefelhaltige organische Verbindungen, Bestimmung von Halogenen 304
Schwefelkohlenstoff, Nachweis in der Luft 378
Schwefelsäure, Farbreaktion mit Pyridoxal 445; Trennung von Ameisensäure und Essigsäure 199; Bestimmung in Acetylierungsgemisch aus Essigsäure und Essigsäureanhydrid 458; Einfluß auf die Bestimmung von Calcium und Strontium 282
Schwefelverbindungen, Analytik 130
Schwefelwasserstoff, Nachweis in der Luft 378; Bestimmung in Koksofengasen 66; in wäßrigen Lösungen von Alkalisulfiden 293
Schweflige Säure, Verwendung organischer Derivate in der Analyse 206
Schweres Wasser, Analyse 67
Scintillations-γ-spektrometer, automatische Apparatur für analytische Zwecke 370
Sedimentationsanalyse, quantitative Analyse 202
Seewasser, Isolierung langlebiger Spaltprodukte 67
Selen, Extraktion des Dithiocarbamidates 16; Bestimmung von vierwertigem Selen 162
Selenige Säure, Anwendung organischer Derivate in der Analyse 206
Selenit, elektrophoretische Bestimmung 366
Seltene Erden, thermische Zersetzung der Oxalate 124; quantitative spektrographische Analyse 124; chromatographische Mikrobestimmung im Gemisch 284; Bestimmung von Thorium neben den Seltenen Erden 286
Serienanalysen, Fehlerkontrolle 202
Serin, Bestimmung 310, 427
D, L-Serin, Abtrennung 153
Serum, Auswertung von Elektropherogrammen 43; Bestimmung verschiedener Elemente durch Röntgenfluorescenzanalyse 38; von Calcium und Magnesium 145; von Eisen 307; papierelektrophoretische Trennung der Proteine 156; Elektrophorese der Lipoproteide in Humanserum 314

Serumpräalbumin, Bestimmung des tryptophanreichen Serumalbumins 155
Sesamöl, siehe Öl
Shikimisäure, Bestimmung 63
Silber, zur Reduktion von Tl^{III} zu Tl^{I} 130; Extraktion des Dithiocarbamidates 12; Verwendung von Bimetallelektroden mit Platin 48; Bestimmung 202; kleiner Mengen 288; Bestimmung mit Magdalarot als Fluorescenzindicator 208; indirekte Bestimmung mit Hilfe von 4-Hydroxybenzthiazol 369; Hochfrequenztitration 119, 370; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; Bestimmung von Phosphor 454; von Wismutspuren 384
Silberchlorid-Silberelektrode, Anwendungen 49
Silberionen, amperometrische Bestimmung 47
Silberperchlorat, zur Bestimmung von acetylenischem Wasserstoff 300
Silbersalze, zur Bestimmung der Stickstoffphosphorsäure 58
Silber-Silberchloridelektrode, Anwendungen 49
Silicate, Bestimmung von Magnesiumoxyd 455; von Mangan 456
Silicatische Aluminiummineralien, Bestimmung von Strontium 392
Silicium, Bestimmung in Calcium 385; in der Zinkindustrie 449; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Wolfram-Metallpulver 388; in Dolomiten 222; in Uranoxyd 393; in Wolframoxyd 223; kleiner Mengen in schwer löslichen Fluoriden 71; Bestimmung von Titan 389
Silicium-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Co, Ni und Cu 385
Siliciumoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Silicium-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Silicium-Wolfram-Nioblegierung, Bestimmung von Niob neben Wolfram 388
Silicomangan, Bestimmung von Titan 389
Silicowolframsäure, zur Bestimmung von Thiamin 63
Siloxen, Verwendung als Indicator 208
Sirup, Verwendung von Chemilumineszenzindicatoren zur Untersuchung 209
Sorbinsäure, Nachweis 446
Sorption, Verwendung der chemischen Sorption zur Trennung von organischen Isomeren und Homologen 210
Spaltprodukte, Isolierung langlebiger Spaltprodukte aus Seewasser 67; Bestimmung von Strontium-90 282
Spannung, Amperometrie ohne angelegte Spannung 47
Spartein, Nachweis 237
Spasmodinyl, Analyse 235
Spektralanalyse, „Verfahren mit einmaliger Zugabe“ 39; einfaches Verfahren der spektrochemischen Lokalanalyse 326; Verwendung zur Untersuchung von pulverförmigen Stoffen 363; Bestimmung von spurenweisen Verunreinigungen in Lösungen 39
Spiegelglas, Untersuchung der Gasblasen 396
Spurenelemente, spektralanalytische Bestimmung in Wolframiten 221; Bestimmung im Boden 224
Stärkearten, Bestimmung von Amylose und Amylopektin 442
Stahl, Lösen rostfreier Stähle 452; polarographische Analyse 70; Bestimmung von Kupfer in Stählen mit Ni- und Co-Gehalten 391; von Aluminium 123, 220; von Aluminium in Thoriumoxyd, das Korrosionsprodukte von Stahl enthält 451; von Niob in Wolframstählen 389; von Chrom 220; von Molybdän 294; von Mangan 455; röntgenspektrometrische Bestimmung von Eisen, Chrom und Nickel 454
Stallmist, Bestimmung von Chlor 225
Staub, Bestimmung von Spuren Uran in atmosphärischem Staub 286; Erkennung der Carbonsäuren und Aldehyde in der benzollöslichen Fraktion des Luftstaubes 376
Steinkohle, Feuchtigkeitsbestimmung 227
Sterisch hindernde Gruppen, Einfluß auf die Verteilungskoeffizienten bei Extraktionsverfahren 201
Steroide, Bestimmung der Hydroxyl-Äquivalente durch Infrarotspektroskopie 315; Reinigung von Papierextrakten aus Chromatogrammen 316; Massenspektren 315
Steroidester, Bestimmung 317
Stickstoff, Zusammensetzung binärer Gemische mit Wasserstoff bzw. reinstem Deuterium 377; gaschromatographische Bestimmung 42; Bestimmung in Gasblasen von Spiegelglas 396; Bestimmung in Gemischen mit

seinen Oxyden 42; Bestimmung durch nasse Veraschung 300; Schnellbestimmung nach KJELDAHL 140; Bestimmung nach KJELDAHL in heterocyclischen Verbindungen 301; von Amidstickstoff in Proteinen 313; Aufklärung von Reaktionen, die bei der Aminostickstoffbestimmung anomale Resultate verursachen 301; Bestimmung von Ammonium- und Eiweißstickstoff 141
Stickstoffhaltige organische Verbindungen, Bestimmung von Halogenen 304
Stickstoffoxyd, gaschromatographische Bestimmung 42; Bestimmung in Gemischen mit Stickstoff 42; in der Luft 291
Stickstoffverbindungen, Bestimmung 157
Störungen, Überblick über die Störungen bei quantitativen flammenphotometrischen Analysen 40
Stoffwechselprodukte, Bestimmung in Schimmelpilzen 156
Strontium, Verhalten des Nitrilotriessigsäurekomplexes am Anionenaustauscher 283; Bestimmung 120; flammenphotometrische Bestimmung 282; Abtrennung 367; Bestimmung von Spaltprodukten in Seewasser 67; Bestimmung in silicatischen Aluminiummineralien 392; in Knochenaschen 306; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen(III) 358
Strontium-90, Bestimmung in Spaltprodukten 282
Stropharia, Identifizierung von Psilocin 236
Struktur, Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Struktur 41
Strychnin, Bestimmung 239; in Gewebe und Leber 400
3-Strychnin-1-phosphor-12-molybdat, bei der Bestimmung von Phosphorspuren in Wolfram und anderen Metallen 453
Styrol, Bestimmung in einem Styrol-Methylmethacrylatcopolymeren 77
Styrol-Methylmethacrylatcopolymere, Bestimmung von Styrol 77
Substanzen, Vakuum-Sublimiergerät zur Trennung und Reinigung 373
Substrat-Enzym-Verbindungen, Nachweis 160
Sudan III, zur Kennzeichnung der Lösungsmittelfront in der Papierchromatographie 366
Sulfat, fluorimetrische Bestimmung 131; elektrophoretische Bestimmung 366; Titration mit Bariumrhodizonat als Phasengrenzindicator 293; Analyse des Ammoniumsalzes 132; Bestimmung von Natriumsulfid neben Sulfat 132; Abtrennung 133; Bestimmung in Wasser 379; flammenphotometrische Bestimmung von Reinigungsmitteln 228
Sulfate, Bestimmung von Schwefel 395
Sulfacetamid, Bestimmung 231
Sulfadiazin, Bestimmung 231
Sulfäthylthiodiazol, Bestimmung 231
Sulfaguanidin, Bestimmung 231
Sulfamerazin, Bestimmung 231
Sulfametazin, Bestimmung 231
Sulfanilamid, Bestimmung 231; in 1 m Perchlorsäure 48
Sulfanilamidomethylthiazol, Bestimmung 231
Sulfanilthioharnstoff, Bestimmung 231
Sulfhydrylionen, Bestimmung in wäßrigen Lösungen von Alkalisulfiden 293
Sulfidionen, Nachweis 207; Einfluß auf die Lichtabsorption in Lösungen von symmetrischem Trinitrobenzol 207
Sulfit, Nachweis 207; Bestimmung 131; elektrophoretische Bestimmung 366; Bestimmung neben Thiosulfat 35; Einfluß auf die Lichtabsorption in symmetrischem Trinitrobenzol 207
Sulfitablaugen, Bestimmung von Hexosen und Pentosen 76
Sulfite, Bestimmung von Schwefel 395
Sulfonamide, Bestimmung einiger Sulfonamide 231; Auftrennung in Arzneimittelpräparaten 231
Suppositorien, Bestimmung von Defebrin 235
Systox, Bestimmung 80

T-Wert, Bestimmung im Boden 73
Tabakrauch, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 436
Tabakrauchkonzentrate, Bestimmung cancerogener Kohlenwasserstoffe 158
Tabletten, Analyse auf Antipyretica 235
Tantal, Bestimmung als Pyrogallolkomplex 62; Bestimmung kleiner Mengen durch katalytische Reaktion 62; Trennung von Niob 60; Abtrennung des Niobs als Tributylammonium-Niobrhodanid 105
Tantalniobat, Bestimmung von Uran 127
Taurin, Bestimmung 310, 427
Technische Produkte, Bestimmung von Toluolsulfamiden 458
Tedion, Nachweis 178

Teeblätter, Identifizierung der Polyphenole 443
Teer, Bestimmung von Chlorid 134
Tellur, Extraktion des Dithiocarbamidates 16; Bestimmung von Spuren mit Eisen-phenanthrolin 133; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384
Tellur(IV), zur Reduktion von Manganat 87; Titration mit Permanganat in saurer Lösung neben Fluorid 94
Tellurat, elektrophoretische Bestimmung 366
Tellurige Säure, Anwendung von organischen Derivaten in der Analyse 206
Tellurit, zur Bestimmung von Kobalt 264; elektrophoretische Bestimmung 366
Temperatur, Messung in Knallgasflammen 334
Terbiumoxalat, thermische Zersetzung 124
Terphenyle, Untersuchung in der Gaschromatographie mit verschiedenen stationären Phasen 41
Testosterin-cyclopentylpropinat, Bestimmung im Öl 319
Testosteron, Bestimmung in Öl 319
Tetrabromäthan, Bestimmung 214
Tetrabromothalliumsäure, Komplexsalze mit N-Heterocyclen 129
Tetrabromphenolblau, Säure-Base-Indicator 208
Tetracain, Bestimmung und Identifizierung 240
Tetrachloräthylen, zur Bestimmung von elementarem Chlor 294
Tetrachlorkohlenstoff, zur Bestimmung von elementarem Chlor 294; Nachweis in der Luft 378; Bestimmung in Blut 150
N,N′-Tetramethylbenzidin, zur Bestimmung von Nitrit 55
Tetraphenyloborat, zur Titration von Kalium 117; Nachweis 218
Tetrathionat, Abtrennung 133
Tetrazoliumblau, zur Bestimmung von Phenylacetylcarbinol 143
Thallium, Untersuchung von Komplexsalzen der Tetrabromothalliumsäure 129; Extraktion des Dithiocarbamidates 13; Bestimmung kleiner Mengen 288; flammenphotometrische Bestimmung (Berichtigung) 320; Bestimmung durch innere Elektrolyse 118; amperometrische Bestimmung 47, 130; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 288; Bestimmung durch Reduktion von Tl^{III} zu Tl^{I} 130; gravimetrische Bestimmung als Diantipyrylmethankomplex der Tetrabromthalliumsäure 129; Bestimmung mit Perjodsäure 285; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384
Thebain, Mikrobestimmung 238
Theonyltrifluoraceton, zur Bestimmung von Aluminium 451
Thermistor-Wärmeleitzellen, zur gaschromatographischen Untersuchung von Stoffen mit verschiedener Wärmeleitfähigkeit 41
Thiamin, Bestimmung mit Silicowolframsäure 63
Thiole, Bestimmung 213
Thiosulfat, Bestimmung 131; elektrophoretische Bestimmung 366; Bestimmung neben Sulfit 35; Abtrennung 133; Bestimmung von Natriumsulfid neben Thiosulfat 132
Thorium, Verhalten des Nitrilotriessigsäurekomplexes am Anionenaustauscher 283; Bestimmung 206, 354, 355; spektrographische Bestimmung 124; spektralphotometrische Bestimmung 131; R_f-Wert 285; Bestimmung mit Carminsäure als Indicator 125; mit 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 125; mit Perjodsäure 285; Bestimmung neben Uran, den Seltenen Erden und Blei 286; Trennung von Cer durch Ionenaustausch 285; Bestimmung des Verhältnisses zum Uran in Mineralien und Erzen 392; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen(III) 358
Thoriumnitrat, Extrahierbarkeit 201
Thoriumoxyd, Bestimmung von Aluminium in Thoriumoxyd, das Korrosionsprodukte von Stahl enthält 451
Thoriumsalze, Bestimmung mit 2-Arseno-2-hydroxy-azo-verbindungen 128
Thoron, zur Bestimmung von Uran- und Thoriumsalzen 128
Threonin, Bestimmung 310, 427
D, L-Threonin, Abtrennung 153
Trithionat, Abtrennung 133
Thromboplastin, zur Prothrombinbestimmung 464
Thulium, spektrographische Bestimmung 124
Thuliumoxalat, thermische Zersetzung 124
Thuliumoxyd, spektrographische Untersuchung 124
Thuresit, Bestimmung von Uran 406
Thymol, Farbreaktion 244
Thymolblau, Säure-Base-Indicator 208
Thymolphthalein, Säure-Base-Indicator 208

Thymolphthaleinkomplexon, Verwendung in der Chelatometrie 51
Thymus-Histon, Bestimmung der Aminosäuren 152
Thyroxin, bei der Bestimmung von Jod 38
Tinkturen, Bestimmung von Alkohol 460
Titan, Bestimmung 206; einfache, selektive, photometrische Bestimmung 55; Bestimmung mit ÄDTA 55; spektralphotometrische Bestimmung in verschiedenen metallischen Produkten 389; Bestimmung in reinstem Be und BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; kleiner Mengen in Mangan, Ferromangan, Silicium, Ferrosilicium und Silicomangan 389; Bestimmung im Stahl 70; in Dolomiten 222; in Aluminiumsilicaten 71; in Polyäthylen 76; Einfluß auf die Bestimmung von Aluminium in Thoriumoxyd 451; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Zirkonium 219; kleiner Chloridmengen 68
Titangelb, zur Bestimmung von Magnesium in Roheisen 390; zur Bestimmung von Magnesium in Pflanzensubstanzen 396
Titanlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 219
Titanomagnetit, Bestimmung von Titan 206
Titanoxyd, Bestimmung in Mineralen und Kohlen 397
Titrationen, acidimetrische Titrationen in nichtwäßrigem Medium 372; Bericht über die Karl-Fischer-Titration 373
TMTD, Nachweis 178
o-Tolidinsalze, zur Bestimmung der Stickstoffphosphorsäure 58
p-Toluidin-Verfahren, zur Bestimmung von Natriumlaurylsulfat 399
Toluol, Nachweis in der Luft 378; Bestimmung von Wasser 203
Toluol-3,4-dithiol, Verwendung des Zinkkomplexes in der Analyse 206
Toluolsulfamide, Bestimmung in technischen Produkten 458
Tomaten, Bestimmung von Cu und Zn 146
Ton, Bestimmung des Wassers der organischen Substanzen und der Carbonate 73
Toxikologie, Isolierung reiner Barbiturate durch Ausschüttelung 400
Traubenbestandteile, Bestimmung phenolartiger Verbindungen und hydroaromatischer Hydroxycarbonsäuren 63
Trennschärfe der Papierelektrophorese 43
Triäthanolamin, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364
Tributylammonium-Niobrhodanid, zur Trennung des Niobs von Tantal 105
Tributylphosphat, Bestimmung des Verteilungskoeffizienten von Neodym und Praseodym im System Salpetersäure und Tributylphosphat 32; Bestimmung von Wasser 458
Tricarbonsäuren, Bestimmung 157
Trichloräthylen, zur Bestimmung von elementarem Chlor 294; Nachweis in der Luft 378
2,2,3-Trichlorpropionsäure, Bestimmung 215
Trihydroxysteroide, Bestimmung der Hydroxykomponenten 316
Triisooctylamin, Bestimmung kleiner Mengen in wäßriger Lösung 434
Trikresylphosphat, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364
Trimethylparaffine, gaschromatographische Untersuchung 42
Trimethylphenole, Farbreaktionen 244
Trinitrobenzol, Änderung der Lichtabsorption in Lösungen von symmetrischem Trinitrobenzol 207
2,4,7-Trinitrofluorenon, zum Nachweis aromatischer Verbindungen 214
Tri-n-octylphosphinoxyd, zur Bestimmung von Titan 55
s-Trioxan, Reaktion mit Aminosäuren 310
2,4,5-Triphenylimidazol, Verwendung als Indicator 208
Tripolyphosphatkomplex, zur Bestimmung von Uran 127
2,2′,2″-Tripyridyl, Komplexbildung von Derivaten mit zweiwertigem Eisen 136
Trockenrückstand, Bestimmung in Wässern 380
Tropaeoline, Säure-Base-Indicatoren 208
Tropolone, Bestimmung 157
Tryptophan, Bestimmung 151, 310, 427
Tüpfelanalysen, Eignung verschiedener Filtrierpapiere 50
Tween 80, stationäre Phase für gaschromatographische Trennungen 364
Tyrosin, Bestimmung 310, 427

Ultraseptil, Bestimmung 231
Ultraviolettspektrophotometrie, Pufferlösungen 198
Uran, Lösen von Uranmetall und seinen Legierungen 452; Extraktion des Dithiocarbamidates 18; Adsorption aus salzsaurer alkoholischer Lösung am Anionenaustauscher Dowex-1 401; Bestimmung kleiner Mengen 288; spektralphotometrische Bestimmung mit Resorcin 127; polarographische Bestimmung 127; Bestimmung mit Arsenazo 126; Bestimmung neben Vanadium, Chrom und Eisen 128; Bestimmung in Wasser, atmosphärischem Staub, Urin u. a. 286; des Verhältnisses von Thorium zu Uran in Mineralien und Erzen 392; Bestimmung in den Abfällen nach der Aufarbeitung uranhaltiger Erze 392; in verbrauchten Aluminium-Uranbrennstoff-Elementen 127; Bestimmung von Thorium neben Uran 286
Uran(IV), Bestimmung mit Dichromat 30
Uran(VI), Einfluß auf die Bestimmung von Eisen(III) 358
Uran-Chromlegierungen, Möglichkeit des Lösens 452
Uran-Eisenlegierungen, Möglichkeit des Lösens 452
Uranerze, Bestimmung von Uran in den Abfällen der Aufbereitung 392
Uranlegierungen, Lösen 452
Uran-Molybdänlegierungen, Möglichkeit des Lösens 452
Uran-Nioblegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Uranoxyd, Bestimmung der Verunreinigungen 393
Uran-Plutoniumlegierungen, Möglichkeit des Lösens 452
Uran-Rutheniumlegierungen, Möglichkeit des Lösens 452
Uransalze, Bestimmung mit 2-Arseno-2-hydroxy-azoverbindungen 128
Uran-Siliciumlegierungen, Möglichkeit des Lösens 452
Uranylnitrat, Extrahierbarkeit 201
Uran-Zirkoniumlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Urin, Bestimmung von Calcium 305; kleinster Mengen Quecksilber 306; von Uran 286; von Jod-131 149; von Meprobamat 151; Nachweis von Barbitursäurederivaten 309; Bestimmung von Pyrazinamid und Isonicotinsäurehydrazid und deren Abbauprodukten 159; siehe auch Harn
Urtitersubstanzen, Verwendung von Kupfer(II)-oxyd in der Jodometrie 205; Bariumthiosulfatmonohydrat in der Jodometrie 205

Vakuum-Sublimiergerät, zur Trennung und Reinigung kleiner Substanzmengen 373
Valeriansäure, Bestimmung im Rinderblut 308
Valin, Bestimmung 310, 427
D, L-Valin, Abtrennung 153
Vanadin(V)-salzlösungen, zur Oxydation organischer Verbindungen 433
Vanadium, Extraktion des Dithiocarbamidates 16; Bestimmung 222; kleiner Mengen 60; Bestimmung in reinstem Be oder BeO 384; in Uranoxyd 393; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Uran neben Vanadium 128
Vanadium(V), einfacher Nachweis 292; coulometrische Bestimmung 292
Veramon, Analyse 235
Verbrennungsprodukte, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 436
Verdampfbarkeit, Bestimmung von Schmierölen 228
Verkokungsneigung, Bestimmung von Schmierölen 228
Veropyrin, Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 234
Verteilungskoeffizienten, Einfluß sterisch hindernder Gruppen auf die Verteilungskoeffizienten bei Extraktionsverfahren 201
Verunreinigungen, Bestimmung gasförmiger Verunreinigungen der Luft 376; Bestimmung von Verunreinigungen in Uranoxyd 393
Viehfutter, Bestimmung von Chlor 225
Viscosität, Bestimmung in Schmierölen 228
Viscositäts-Temperaturverhalten, Untersuchung bei Schmierölen 228
Vitamin B_1, Bestimmung 443
Vitamin D, papierchromatographische Studien 64; Bestimmung 446; chemische Bestimmung 63
Vitamin P, Bestimmung 446
Vitamine, Bestimmung des Antipellagra-Vitamins in Lebensmitteln 445
Voltammetrie, reproduzierbar arbeitende Graphitelektrode 49
Voltammetrische Messungen an einer Aluminiumelektrode 49
Volumen, Messung in Knallgasflammen 334

Wachse, Kennzeichnung der Kohlenwasserstoff-Wachse 227
Wärmeleitfähigkeit, Abhängigkeit von Molekulargewicht und Struktur 41
Wärmetönung, Calorimeter zur Messung der Wärmetönung langsam verlaufender Reaktionen 209
Wasser, Bestimmung nach Karl Fischer 203, 204; Bestimmung des hygroskopischen Wassers im Boden 73; in organischen Flüssigkeiten 203; im Oxydationsgemisch von Äthylen 397; in stark basischen Aminen 203; in Tributylphosphat 458; Analyse von *schwerem Wasser* 67; stark mineralsalzhaltiger Wässer 380; Isolierung langlebiger Spaltprodukte aus Seewasser 67; kryoskopische Bestimmung von Deuteriumoxyd 67; Bestimmung des Salzgehaltes von Kesselwasser 68; von Mg, SO_4, Cl, Carbonat- und Gesamthärte 379; von Calcium 380; von Spuren Uran 286; von Blausäure 443; von Nitrit 291; Elektrodensystem zur Analyse verschiedener Wässer auf Sauerstoff 380; Bestimmung kleiner Chloridmengen 69; von Spuren Chlorid 381; siehe auch Feuchtigkeit
Wasserabscheidevermögen, Bestimmung von Schmierölen 228
Wasser-Äthanol-Perchlorsäure-Lösungen, Bestimmung der Alkoholtension 204
Wasserdampf, Nachweis in der Luft 378
Wasserstoff, Zusammensetzung binärer Gemische mit Stickstoff 377; Bestimmung in organischen Verbindungen 140; Eichung eines Betastrahlen-Meßinstrumentes zur Bestimmung von Wasserstoff in Kohlenwasserstoffen 370; Bestimmung von acetylenischem Wasserstoff mit Silberperchlorat 300; Bestimmung von Kohlenmonoxydspuren 81
Wasserstoffperoxyd, spektralphotometrische Bestimmung 115
Wasserstoffperoxyd-Jodidreaktion, Bestimmung von Tantal durch Katalyse der Reaktion 62
Wechselstrom-Brücken-Polarograph, Anwendung in der Polarographie 46
Wein, Bestimmung von Kalium und Natrium 440; von Monobromessigsäure und ihren Derivaten 447; phenolartiger Verbindungen und hydroaromatischer Hydroxycarbonsäuren 63
Weinähnliche Getränke, Bestimmung phenolartiger Verbindungen und hydroaromatischer Hydroxycarbonsäuren 63
Weinsäure, amperometrische Bestimmung 47
Weizen, Bestimmung von Protein 441
Weizenmaische, Prüfung des Vorkommens von Spaltprodukten der Phytinsäure 226
Winkel, Profilwinkel von Kristallen zur Identifizierung von Substanzen 362
Wismut, zur Reduktion von Tl^{III} zu Tl^{I} 130; Farbreaktion und R_f-Wert 161; Extraktion des Dithiocarbamidates 16; Verhalten des Nitrilotriessigsäurekomplexes am Anionenaustauscher 283; Nachweis auf Papierchromatogrammen 59; Bestimmung 206; kleiner Mengen 288; amperometrische Bestimmung 47, 58; Bestimmung mit Pyramidon 59; Bestimmung in Legierungen 69; in Silber 384; in reinstem Be oder BeO 384; in Blei und Bleimänteln von Kabeln 387; Bestimmung von Thallium neben Wismut 129
Wismutlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Wolfram, Extraktion des Dithiocarbamidates 17; Verwendung von Bimetallelektroden mit Platin 48; Bestimmung nach Reduktion mit Zink 409; Identifizierung neben Molybdän im Metallzustand 134; Bestimmung im Stahl 70; spektralanalytische Bestimmung von Spurenverunreinigungen 221; flammenphotometrische Bestimmung von Natrium-, Kalium- und Calciumspuren 452; Bestimmung von Niob neben Wolfram 388; von Phosphorspuren 453
Wolframite, spektralanalytische Bestimmung von Spurenelementen 221
Wolfram-Metallpulver, spektrographische Analyse 388
Wolframoxyd, Bestimmung von Al, Fe, K und Si 223
Wolfram(VI)-oxyd, Bestimmung von Molybdän 294
Wolframoxyde, flammenphotometrische Bestimmung von Natrium-, Kalium- und Calciumspuren 452
Wolfram-Silicium-Nioblegierung, Bestimmung von Niob neben Wolfram 388
Wolframstahl, Bestimmung von Niob 389

Xenon, massenspektrometrische Bestimmung 279
Xylenole, Farbreaktionen 244
Xylenolorange, Verwendung in der Chelatometrie 51
Xylidylblau, zur Bestimmung von Magnesiumspuren 72
Xylocain, Abtrennung 239
Xylol, Nachweis in der Luft 378

Ytterbium, spektrographische Bestimmung 124; R_f-Wert 285
Ytterbiumoxalat, thermische Zersetzung 124
Ytterbiumoxyd, spektrographische Untersuchung 124
Yttrium, Verhalten des Nitrilotriessigsäurekomplexes am Anionenaustauscher 283; spektrographische Bestimmung 124; R_f-Wert 285; Bestimmung in Cer 284

Zineb, Nachweis 178
Zink, zur Reduktion von Wolfram 409; Extraktion des Dithiocarbamidates 12; Farbreaktion und R_f-Wert 161; Tüpfelreaktion 283; Bestimmung 120; kleiner Mengen 288; Bestimmung durch innere Elektrolyse 118; coulometrische Bestimmung 368; Polarogramm 281; radiometrische Titration mit ÄDTA 274; Bestimmung mit Metomega Chrome Cyanin BLL als Indicator 209; indirekte Bestimmung mit Hilfe von 4-Hydroxybenzthiazol 369; Bestimmung in Bronzen und Messing 383; in reinstem Be oder BeO 384; in Zinklegierungen und organischen Verbindungen 54; in metallischem Cadmium 385; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; im Boden 224; in Uranoxyd 393; in Galvanisationsbädern 72; in Blut, Gewebe und Tomaten 146; Einfluß auf die Bestimmung von Ca und Mg 349; auf die Aluminiumbestimmung in Thoriumoxyd 451; auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung von Magnesium neben viel Zink 120; von Thallium neben Zink 129; von Silicium in der Zinkindustrie 449
Zinkkomplex des Toluol-3,4-dithiols, Anwendung in der Analyse 206
Zinklegierungen, Bestimmung von Zink 54; von Aluminium 123
Zinksulfat, Bestimmung von Hydrazin und Hydroxylamin in Anwesenheit von Zinksulfat 290
Zinkverarbeitungsprodukte, Bestimmung von Gallium 388
Zinn, Extraktion des Dithiocarbamidates 14; Bestimmung 222; mit Eisen(III)-chlorid 53; Abtrennung des Kupfers durch Ionenaustauscher 68; Bestimmung in anorganischem und organischem Material 54; in reinstem Be oder BeO 384; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 450; in Uranoxyd 393; in Wolframiten 221
Zirkonium, Bestimmung 206; mit Perjodsäure 285; maßanalytische Bestimmung 290; in alkalischer Lösung mit Kaliumpermanganat 288; Trennung von Protactinium 126; von Niob 126; Bestimmung in Titan und Titanlegierungen 219; Einfluß auf die Bestimmung von Eisen(III) 358; Bestimmung kleiner Chloridmengen 68
Zirkoniumlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Zirkonium-Uranlegierungen, Möglichkeiten des Lösens 452
Zwirn, zur Chromatographie von anorganischen Stoffen 50
Zucker, Bestimmung reduzierender Zucker 441; Bestimmung im Harn 202
Zündgemische, Bestimmung von Bleistyphnat 459
Zündhütchen, Bestimmung von Bleistyphnat 459